

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

日 本 国 特 許 庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

JC978 U.S. PTO  
09/871592  
05/30/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月28日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-399881

出 願 人

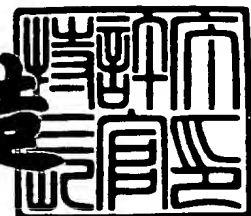
Applicant(s):

セイコーエプソン株式会社

2001年 4月 6日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3028631

【書類名】 特許願

【整理番号】 12P200

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H01F 1/053

【発明者】

【住所又は居所】 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

【氏名】 新井 聖

【発明者】

【住所又は居所】 長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

【氏名】 加藤 洋

【特許出願人】

【識別番号】 000002369

【氏名又は名称】 セイコーエプソン株式会社

【代表者】 安川 英昭

【代理人】

【識別番号】 100091292

【弁理士】

【氏名又は名称】 増田 達哉

【電話番号】 3595-3251

【選任した代理人】

【識別番号】 100091627

【弁理士】

【氏名又は名称】 朝比 一夫

【電話番号】 3595-3251

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000-159772

【出願日】 平成12年 5月30日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 007593

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0015134

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁石材料の製造方法、薄帯状磁石材料、粉末状磁石材料およびボンド磁石

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 溶湯を冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して、合金組成が  $R_x (Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$  (ただし、R は、少なくとも 1 種の希土類元素、 $x : 10 \sim 15$  原子%、 $y : 0 \sim 0.30$ 、 $z : 4 \sim 10$  原子%) で表される薄帯状磁石材料を製造する磁石材料の製造方法であって、

前記薄帯状磁石材料の前記冷却ロールとの接触面において発生するディンプルを分割するディンプル矯正手段を、その周面上に有する冷却ロールを用いることを特徴とする磁石材料の製造方法。

【請求項 2】 前記冷却ロールは、ロール基材と、該ロール基材の外周に設けられた表面層とを有し、前記表面層に前記ディンプル矯正手段を有するものである請求項 1 に記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 3】 前記冷却ロールの前記表面層は、前記ロール基材の構成材料の室温付近における熱伝導率より低い熱伝導率を有する材料で構成されたものである請求項 2 に記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 4】 前記冷却ロールの前記表面層は、セラミックスで構成されたものである請求項 2 または 3 に記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 5】 前記冷却ロールの前記表面層は、室温付近における熱伝導率が  $80 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$  以下の材料で構成されたものである請求項 2 ないし 4 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 6】 前記冷却ロールの前記表面層は、室温付近における熱膨張率が  $3.5 \sim 18 [ \times 10^{-6} K^{-1} ]$  の材料で構成されたものである請求項 2 ないし 5 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 7】 前記冷却ロールの前記表面層の平均厚さは、 $0.5 \sim 50 \mu m$  である請求項 2 ないし 6 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 8】 前記冷却ロールの前記表面層は、その表面に機械加工を行わないで形成されたものである請求項 2 ないし 7 のいずれかに記載の磁石材料の製

造方法。

【請求項 9】 前記ディンプル矯正手段は、少なくとも 1 本の凸条または溝である請求項 1 ないし 8 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 10】 前記凸条の平均幅は、 $0.5 \sim 95 \mu\text{m}$ である請求項 9 に記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 11】 前記溝の平均幅は、 $0.5 \sim 90 \mu\text{m}$ である請求項 9 または 10 に記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 12】 前記凸条の平均高さまたは前記溝の平均深さは、 $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ である請求項 9 ないし 11 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 13】 前記凸条または前記溝は、前記冷却ロールの回転軸を中心とする螺旋状に形成されたものである請求項 9 ないし 12 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 14】 前記凸条または前記溝が並設されており、その平均ピッチは、 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$ である請求項 9 ないし 13 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 15】 前記周面上における前記凸条または前記溝の占める投影面積の割合が 10 % 以上である請求項 9 ないし 14 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 16】 前記薄帯状磁石材料を粉砕する工程を有する請求項 1 ないし 15 のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【請求項 17】 溶湯を冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた、合金組成が  $R_x (Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$  (ただし、R は、少なくとも 1 種の希土類元素、 $x: 10 \sim 15$  原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4 \sim 10$  原子%) で表される薄帯状磁石材料であって、

前記冷却ロールとの接触面に溝または凸条が形成されており、該溝または該凸条によりディンプルが分割されていることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【請求項 18】 請求項 1 ないし 15 のいずれかに記載の方法により製造されたことを特徴とする薄帯状磁石材料。

【請求項 19】 前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成された

2000  $\mu\text{m}^2$ 以上の巨大ディンプルの占める面積の割合が、10%以下である請求項17または18に記載の薄帯状磁石材料。

【請求項20】 前記冷却ロールとの接触面は、前記冷却ロールの表面形状の少なくとも一部が転写されたものである請求項17ないし19のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【請求項21】 前記冷却ロールとの接触面に溝または凸条が形成されており、該溝または該凸条によりディンプルが分割されている請求項17ないし20のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【請求項22】 平均厚さが8～50  $\mu\text{m}$ である請求項17ないし21のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【請求項23】 請求項16に記載の方法により製造されたことを特徴とする粉末状磁石材料。

【請求項24】 粉末状磁石材料は、その製造過程または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである請求項23に記載の粉末状磁石材料。

【請求項25】 平均粒径が1～300  $\mu\text{m}$ である請求項23または24に記載の粉末状磁石材料。

【請求項26】 粉末状磁石材料は、主として、ハード磁性相である $\text{R}_2\text{TM}_{14}\text{B}$ 型相（ただし、TMは少なくとも1種の遷移金属）で構成されたものである請求項23ないし25のいずれかに記載の粉末状磁石材料。

【請求項27】 粉末状磁石材料の全構成組織中に占める前記 $\text{R}_2\text{TM}_{14}\text{B}$ 型相の体積率は、80%以上である請求項26に記載の粉末状磁石材料。

【請求項28】 前記 $\text{R}_2\text{TM}_{14}\text{B}$ 型相の平均結晶粒径は、500 nm以下である請求項26または27に記載の粉末状磁石材料。

【請求項29】 請求項23ないし28のいずれかに記載の粉末状磁石材料を結合樹脂で結合してなることを特徴とするボンド磁石。

【請求項30】 室温での固有保磁力 $H_{cJ}$ が320～1200 kA/mである請求項29に記載のボンド磁石。

【請求項31】 最大磁気エネルギー積 $(BH)_{\text{max}}$ が40 kJ/m<sup>3</sup>以上である請求項29または30に記載のボンド磁石。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、磁石材料の製造方法、薄帯状磁石材料、粉末状磁石材料およびボン  
ド磁石に関するものである。

【0002】

## 【従来の技術】

磁石材料として、希土類元素を含む合金で構成される希土類磁石材料は、高い  
磁気特性を有するため、モータ等に用いられた場合に、高性能を発揮する。

【0003】

このような磁石材料は、例えば急冷薄帯製造装置を用いた急冷法により製造さ  
れる。以下、この製造方法を説明する。

【0004】

図19は、従来の磁石材料を単ロール法により製造する装置（急冷薄帯製造装  
置）における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である

【0005】

同図に示すように、所定の合金組成の磁石材料（以下「合金」と言う）を溶融  
し、その溶湯60を図示しないノズルから射出し、ノズルに対して図19中矢印  
A方向に回転している冷却ロール500の周面530に衝突させ、この周面53  
0と接触させることにより合金を急冷、凝固し、薄帯状（リボン状）の合金を連  
続的に形成する。この薄帯状の合金は、急冷薄帯と呼ばれ、速い冷却速度で凝固  
された結果、そのミクロ組織は、非晶質相や微細結晶相からなる組織となってお  
り、そのまま、または熱処理を施すことにより、優れた磁気特性を発揮する。な  
お、図19中、溶湯60の凝固界面710を点線で示す。

【0006】

ここで、希土類元素は、酸化され易く、酸化されると磁気特性が低下するため  
、前記急冷薄帯80の製造は、主として不活性ガス中で行われていた。

【0007】



そのため、周面 5 3 0 と、溶湯 6 0 のパドル（湯溜り） 7 0 との間にガスが侵入し、急冷薄帯 8 0 のロール面（冷却ロール 5 0 0 の周面 5 3 0 と接触する面） 8 1 0 にディンプル（凹部） 9 を生じることがあった。この傾向は、冷却ロール 5 0 0 の周速度が大きくなるほど顕著となり、生じるディンプルの面積も大きくなる。

#### 【 0 0 0 8 】

このディンプル 9（特に、巨大ディンプル）が生じると、ディンプル部分においては、ガスの介在により冷却ロール 5 0 0 の周面 5 3 0 との接触不良が生じ、冷却速度が低下して、急速な凝固が妨げられる。そのため、ディンプル 9 が生じた部位では、合金の結晶粒径が粗大化し、磁気特性が低下する。

#### 【 0 0 0 9 】

このような低磁気特性の部分を含む急冷薄帯を粉砕して得られる磁石粉末は、磁気特性のバラツキが大きくなる。したがって、このような磁石粉末を用いて製造されたボンド磁石は、低い磁気特性しか得られず、また、耐食性も低下する。

#### 【 0 0 1 0 】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、磁気特性が優れ、信頼性に優れた磁石を提供することができる磁石材料の製造方法、薄帯状磁石材料、粉末状磁石材料およびボンド磁石を提供することにある。

#### 【 0 0 1 1 】

##### 【課題を解決するための手段】

このような目的は、下記（１）～（３１）の本発明により達成される。

#### 【 0 0 1 2 】

（１） 溶湯を冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して、合金組成が  $R_x(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$ （ただし、 $R$ は、少なくとも１種の希土類元素、 $x: 10 \sim 15$ 原子％、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4 \sim 10$ 原子％）で表される薄帯状磁石材料を製造する磁石材料の製造方法であって、

前記薄帯状磁石材料の前記冷却ロールとの接触面において発生するディンプルを分割するディンプル矯正手段を、その周面上に有する冷却ロールを用いること

を特徴とする磁石材料の製造方法。

【 0 0 1 3 】

(2) 前記冷却ロールは、ロール基材と、該ロール基材の外周に設けられた表面層とを有し、前記表面層に前記ディンプル矯正手段を有するものである上記(1)に記載の磁石材料の製造方法。

【 0 0 1 4 】

(3) 前記冷却ロールの前記表面層は、前記ロール基材の構成材料の室温付近における熱伝導率より低い熱伝導率を有する材料で構成されたものである上記(2)に記載の磁石材料の製造方法。

【 0 0 1 5 】

(4) 前記冷却ロールの前記表面層は、セラミックスで構成されたものである上記(2)または(3)に記載の磁石材料の製造方法。

【 0 0 1 6 】

(5) 前記冷却ロールの前記表面層は、室温付近における熱伝導率が  $80 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  以下の材料で構成されたものである上記(2)ないし(4)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【 0 0 1 7 】

(6) 前記冷却ロールの前記表面層は、室温付近における熱膨張率が  $3.5 \sim 18 [\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}]$  の材料で構成されたものである上記(2)ないし(5)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【 0 0 1 8 】

(7) 前記冷却ロールの前記表面層の平均厚さは、 $0.5 \sim 50 \mu\text{m}$  である上記(2)ないし(6)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【 0 0 1 9 】

(8) 前記冷却ロールの前記表面層は、その表面に機械加工を行わないで形成されたものである上記(2)ないし(7)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【 0 0 2 0 】

(9) 前記ディンプル矯正手段は、少なくとも1本の凸条または溝である上

記(1)ないし(8)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0021】

(10) 前記凸条の平均幅は、 $0.5 \sim 95 \mu\text{m}$ である上記(9)に記載の磁石材料の製造方法。

【0022】

(11) 前記溝の平均幅は、 $0.5 \sim 90 \mu\text{m}$ である上記(9)または(10)に記載の磁石材料の製造方法。

【0023】

(12) 前記凸条の平均高さまたは前記溝の平均深さは、 $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ である上記(9)ないし(11)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0024】

(13) 前記凸条または前記溝は、前記冷却ロールの回転軸を中心とする螺旋状に形成されたものである上記(9)ないし(12)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0025】

(14) 前記凸条または前記溝が並設されており、その平均ピッチは、 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$ である上記(9)ないし(13)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0026】

(15) 前記周面上における前記凸条または前記溝の占める投影面積の割合が10%以上である上記(9)ないし(14)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0027】

(16) 前記薄帯状磁石材料を粉砕する工程を有する上記(1)ないし(15)のいずれかに記載の磁石材料の製造方法。

【0028】

(17) 溶湯を冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化して得られた、合金組成が $R_x(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x-z}\text{B}_z$ (ただし、Rは、少なくとも1種の希土類元素、 $x: 10 \sim 15$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4 \sim 10$

原子%)で表される薄帯状磁石材料であって、

前記冷却ロールとの接触面に溝または凸条が形成されており、該溝または該凸条によりディンプルが分割されていることを特徴とする薄帯状磁石材料。

【0029】

(18) 上記(1)ないし(15)のいずれかに記載の方法により製造されたことを特徴とする薄帯状磁石材料。

【0030】

(19) 前記冷却ロールとの接触面において、凝固時に形成された $2000\mu\text{m}^2$ 以上の巨大ディンプルの占める面積の割合が、10%以下である上記(17)または(18)に記載の薄帯状磁石材料。

【0031】

(20) 前記冷却ロールとの接触面は、前記冷却ロールの表面形状の少なくとも一部が転写されたものである上記(17)ないし(19)のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【0032】

(21) 前記冷却ロールとの接触面に溝または凸条が形成されており、該溝または該凸条によりディンプルが分割されている上記(17)ないし(20)のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【0033】

(22) 平均厚さが $8\sim 50\mu\text{m}$ である上記(17)ないし(21)のいずれかに記載の薄帯状磁石材料。

【0034】

(23) 上記(16)に記載の方法により製造されたことを特徴とする粉末状磁石材料。

【0035】

(24) 粉末状磁石材料は、その製造過程または製造後少なくとも1回熱処理が施されたものである上記(23)に記載の粉末状磁石材料。

【0036】

(25) 平均粒径が $1\sim 300\mu\text{m}$ である上記(23)または(24)に記

載の粉末状磁石材料。

【0037】

(26) 粉末状磁石材料は、主として、ハード磁性相である  $R_2TM_{14}B$  型相（ただし、TMは少なくとも1種の遷移金属）で構成されたものである上記（23）ないし（25）のいずれかに記載の粉末状磁石材料。

【0038】

(27) 粉末状磁石材料の全構成組織中に占める前記  $R_2TM_{14}B$  型相の体積率は、80%以上である上記（26）に記載の粉末状磁石材料。

【0039】

(28) 前記  $R_2TM_{14}B$  型相の平均結晶粒径は、500nm以下である上記（26）または（27）に記載の粉末状磁石材料。

【0040】

(29) 上記（23）ないし（28）のいずれかに記載の粉末状磁石材料を結合樹脂で結合してなることを特徴とするボンド磁石。

【0041】

(30) 室温での固有保磁力  $H_{cJ}$  が  $320 \sim 1200 \text{ kA/m}$  である上記（29）に記載のボンド磁石。

【0042】

(31) 最大磁気エネルギー積  $(BH)_{\max}$  が  $40 \text{ kJ/m}^3$  以上である上記（29）または（30）に記載のボンド磁石。

【0043】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の磁石材料の製造方法、薄帯状磁石材料、粉末状磁石材料およびボンド磁石の実施の形態について、詳細に説明する。

【0044】

〔急冷薄帯製造装置の構成〕

図1は、本発明の磁石材料の製造方法の第1実施形態で用いる冷却ロールと、その冷却ロールを用い、単ロール法により薄帯状磁石材料（急冷薄帯）を製造する装置（急冷薄帯製造装置）の構成例とを示す斜視図、図2は、図1に示す冷却

ロールの正面図、図 3 は、図 1 に示す冷却ロールの拡大断面図である。

【 0 0 4 5 】

これらの図に示すように、急冷薄帯製造装置 1 は、磁石材料を収納し得る筒体 2 と、該筒体 2 に対し図中矢印 A 方向に回転する冷却ロール 5 とを備えている。筒体 2 の下端には、磁石材料の溶湯 6 を射出するノズル（オリフィス） 3 が形成されている。

【 0 0 4 6 】

筒体 2 の構成材料としては、例えば、石英、アルミナ、マグネシア等の耐熱性セラミックス等が挙げられる。

【 0 0 4 7 】

ノズル 3 の開口形状としては、例えば、円形、楕円形、スリット状等が挙げられる。

【 0 0 4 8 】

また、筒体 2 のノズル 3 近傍の外周には、加熱用のコイル 4 が配置され、このコイル 4 に例えば高周波を印加することにより、筒体 2 内を加熱（誘導加熱）し、筒体 2 内の磁石材料を熔融状態にする。

【 0 0 4 9 】

なお、加熱手段は、このようなコイル 4 に限らず、例えば、カーボンヒータを用いることもできる。

【 0 0 5 0 】

冷却ロール 5 は、ロール基材 5 1 と、冷却ロール 5 の周面 5 3 を形成する表面層 5 2 とで構成されている。

【 0 0 5 1 】

表面層 5 2 は、ロール基材 5 1 と同じ材質で一体構成されていてもよいが、ロール基材 5 1 の構成材料より熱伝導率の小さい材質で構成されているのが好ましい。

【 0 0 5 2 】

ロール基材 5 1 の構成材料は、特に限定されないが、表面層 5 2 の熱をより速く放散できるように、例えば銅または銅系合金のような熱伝導率の大きい金属材料

料で構成されているのが好ましい。

#### 【0053】

表面層52の構成材料の室温付近における熱伝導率は、特に限定されないが、例えば、 $80\text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 以下であるのが好ましく、 $3 \sim 60\text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ であるのがより好ましく、 $5 \sim 40\text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ であるのがさらに好ましい。

#### 【0054】

冷却ロール5が、このような熱伝導率を有する表面層52とロール基材51とで構成されることにより、適度な冷却速度で溶湯6を急冷することが可能となる。また、ロール面81（冷却ロールの周面と接触する側の面）付近とフリー面82（ロール面と反対側の面）付近とでの冷却速度の差が小さくなる。したがって、得られる急冷薄帯8は、各部位における結晶粒径のバラツキが小さく、磁気特性に優れたものとなる。

#### 【0055】

このような熱伝導率を有する材料としては、例えば、Zr、Sb、Ti、Ta、Pd、Pt等、またはこれらを含む合金等の金属材料やこれらの酸化物、セラミックス等が挙げられる。セラミックスとしては、例えば、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Ti}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、チタン酸バリウム、チタン酸ストロンチウム等の酸化物系セラミックス、 $\text{AlN}$ 、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 、 $\text{TiN}$ 、 $\text{BN}$ 、 $\text{ZrN}$ 、 $\text{HfN}$ 、 $\text{VN}$ 、 $\text{TaN}$ 、 $\text{NbN}$ 、 $\text{CrN}$ 、 $\text{Cr}_2\text{N}$ 等の窒化物系セラミックス、グラファイト、 $\text{SiC}$ 、 $\text{ZrC}$ 、 $\text{Al}_4\text{C}_3$ 、 $\text{CaC}_2$ 、 $\text{WC}$ 、 $\text{TiC}$ 、 $\text{HfC}$ 、 $\text{VC}$ 、 $\text{TaC}$ 、 $\text{NbC}$ 等の炭化物系のセラミックス、あるいは、これらのうちの2以上を任意に組合せた複合セラミックスが挙げられる。この中でも特に、窒化物系セラミックスを含むものであるのが好ましい。

#### 【0056】

また、従来、冷却ロールの周面を構成する材料として用いられてきたもの（Cu、Crなど）に比べ、このようなセラミックスは、高い硬度を有し、耐久性（耐摩耗性）に優れている。このため、冷却ロール5を繰り返し使用しても、周面53の形状が維持され、後述するディンプル矯正手段の効果も劣化しにくい。

#### 【0057】

ところで、前述したロール基材 5 1 の構成材料は、通常、比較的高い熱膨張率を有している。そのため、表面層 5 2 の構成材料の熱膨張率は、ロール基材 5 1 の熱膨張率に近い値であるのが好ましい。表面層 5 2 の構成材料の室温付近での熱膨張率（線膨張率  $\alpha$ ）は、例えば、 $3.5 \sim 18 [\times 10^{-6} \text{K}^{-1}]$  程度であるのが好ましく、 $6 \sim 12 [\times 10^{-6} \text{K}^{-1}]$  程度であるのがより好ましい。表面層 5 2 の構成材料の室温付近における熱膨張率（以下、単に「熱膨張率」とも言う）がこのような範囲の値であると、ロール基材 5 1 と表面層 5 2 との高い密着性を維持することができ、表面層 5 2 の剥離をより効果的に防止することができる。

## 【 0 0 5 8 】

また、表面層 5 2 は、単層のみならず、例えば組成の異なる複数の層の積層体であってもよい。例えば、表面層 5 2 は、前述した金属材料、セラミックス等で構成された層が 2 層以上積層されたものであってもよい。このような表面層 5 2 としては、例えば、ロール基材 5 1 側から金属層（下地層）／セラミックス層が積層された 2 層積層体で構成されたものが挙げられる。このような積層体の場合、隣接する層同士は、密着性の高いものが好ましく、その例としては、隣接する層同士に同一の元素が含まれているものが挙げられる。

## 【 0 0 5 9 】

また、表面層 5 2 が複数の層の積層体である場合、少なくとも、その最外層が前述した範囲の熱伝導率を有する材料で構成されたものであるのが好ましい。

## 【 0 0 6 0 】

また、表面層 5 2 が単層で構成されている場合でも、その組成は、厚さ方向に均一なものに限らず、例えば、含有成分が厚さ方向に順次変化するもの（傾斜材料）であってもよい。

## 【 0 0 6 1 】

表面層 5 2 の平均厚さ（前記積層体の場合はその合計厚さ）は、特に限定されないが、 $0.5 \sim 50 \mu\text{m}$  であることが好ましく、 $1 \sim 20 \mu\text{m}$  であることがより好ましい。

## 【 0 0 6 2 】



表面層 5 2 の平均厚さが下限値未満であると、次のような問題を生じる場合がある。すなわち、表面層 5 2 の材質によっては、冷却能が大きすぎて、厚さがかなり大きい急冷薄帯 8 でもロール面 8 1 付近では冷却速度が大きく、非晶質になり易くなる。一方、フリー面 8 2 付近では急冷薄帯 8 の熱伝導率が比較的小さいので急冷薄帯 8 の厚さが大きいほど冷却速度が小さくなり、その結果、結晶粒径の粗大化が起こり易くなる。すなわち、フリー面 8 2 付近では粗大粒、ロール面 8 1 付近では非晶質といった急冷薄帯となり易くなり、満足な磁気特性が得られない場合がある。また、フリー面 8 2 付近での結晶粒径を小さくするために、例えば、冷却ロール 5 の周速度を大きくして、急冷薄帯 8 の厚さを小さくしたとしても、ロール面 8 1 付近での非晶質がよりランダムなものとなり、急冷薄帯 8 の作成後に、熱処理を施したとしても、十分な磁気特性が得られない場合がある。

## 【 0 0 6 3 】

また、表面層 5 2 の平均厚さが上限値を超えると、急冷速度が遅く、結晶粒径の粗大化が起こり、結果として磁気特性が低下する場合がある。

## 【 0 0 6 4 】

表面層 5 2 の形成方法は、特に限定されないが、熱 CVD、プラズマ CVD、レーザー CVD などの化学蒸着法 (CVD) または真空蒸着、スパッタリング、イオンプレーティングなどの物理蒸着法 (PVD) が好ましい。これらの方法を用いた場合、比較的容易に、表面層の厚さを均一にすることができるため、表面層 5 2 の形成後、その表面に機械加工を行わなくてよい。なお、表面層 5 2 は、その他、電解メッキ、浸漬メッキ、無電解メッキ、溶射等の方法で形成されてもよい。この中でも、溶射により表面層 5 2 を形成した場合、ロール基材 5 1 と表面層 5 2 との密着性 (接着強度) は、特に優れたものとなる。

## 【 0 0 6 5 】

また、表面層 5 2 をロール基材 5 1 の外周に形成するのに先立ち、ロール基材 5 1 の外表面に対して、アルカリ洗浄、酸洗浄、有機溶剤洗浄等の洗浄処理や、ブラスト処理、エッチング、メッキ層の形成等の下地処理を施してもよい。これにより、表面層 5 2 の形成後におけるロール基材 5 1 と表面層 5 2 との密着性が向上する。また、前述したような下地処理を施すことにより、均一かつ緻密な表

面層 52 を形成することができるため、得られる冷却ロール 5 は、各部位における熱伝導率のバラツキが特に小さいものとなる。

#### 【0066】

##### 〔ディンプル矯正手段〕

後述するように、急冷薄帯 8 は、冷却ロール 5 の周面 53 に磁石材料の溶湯 6 を衝突させ、急冷することにより製造される。このとき、周面 53 と、溶湯 6 のパドル（湯溜り）7 との間にガスが侵入することにより、ロール面 81 においてディンプルが発生する場合がある。図 4 に示すように、ガスが侵入した部位は、ガスが溜まった状態で冷却されるので、得られる急冷薄帯 8 のロール面 81 には、ディンプル 9 が発生することとなる（図 6 参照）。また、ガスが侵入した部位では、パドル 7 の他の部位に比べて、冷却速度が小さくなり、結晶粒径の粗大化が起こる。その結果、急冷薄帯 8 の各部位における結晶粒径、磁気特性のバラツキが大きくなる。このような傾向は、ディンプル 9 の 1 個あたりの面積、ディンプル 9 の総面積が大きくなるほど顕著となる。

#### 【0067】

これに対し、本発明の冷却ロール 5 の周面 53 には、急冷薄帯 8 のロール面 81 において発生するディンプル 9 を分割するディンプル矯正手段が設けられている。

#### 【0068】

これにより、図 5、図 7 に示すように、ディンプル 9 は、溝 84 によって分割される。また、後述するガス抜き効果により、周面 53 とパドル 7 との間に侵入したガスの少なくとも一部が排出されることとなり、周面 53 とパドル 7 との間に残存するガス量は少なくなる。これらの理由から、得られる急冷薄帯 8 のロール面 81 に形成されるディンプル 9 の 1 個あたりの面積は小さくなり、ディンプル 9 の総面積も減少する（図 7 参照）。そのため、パドル 7 の各部位における冷却速度のバラツキが小さくなり、結果として、結晶粒径のバラツキが小さく、磁気特性に優れた急冷薄帯 8 が得られる。

#### 【0069】

図示の構成では、ディンプル矯正手段として、冷却ロール 5 の周面 53 上に、

溝54が冷却ロールの回転方向に対し、ほぼ平行に形成されている。(このとき、隣接する溝54、溝54間は、凸条55となっている。また、逆に、隣接する凸条55、凸条55間は、溝54となっているものとみなすこともできる。このように、溝と凸条とは、相対する関係にあるので、以下、特に断りのない限り、ディンプル矯正手段として、溝について代表的に説明する。)

## 【0070】

溝54が周面53上に設けられていることにより、周面53とパドル7との間に侵入したガスは、溝54内に入り込んだ後、さらに溝54に沿って移動することが可能となる。そのため、周面53とパドル7との間に侵入したガスは、冷却ロール5の回転に伴い、溝54を介して外部に排出される。このような効果(ガス抜き効果)により、ガスが侵入した部位における周面53とパドル7との接触が起こり易くなる。このようにして周面53とパドル7との接触が起こると、図7に示すように、ディンプル9は分割され、ディンプルの1個あたりの面積は小さくなる。また、周面53とパドル7との間に残存するガス量が少なくなるため、形成されるディンプル9の総面積も小さくなる。したがって、パドル7の各部位における冷却速度のバラツキは、小さくなり、結果として、結晶粒径のバラツキが小さく、磁気特性に優れた急冷薄帯8が得られる。

## 【0071】

図示の構成では、溝54および凸条55は、それぞれ複数本形成されているが、少なくとも1本形成されていればよい。

## 【0072】

溝54の幅(周面53へ開口している部分での幅) $L_1$ の平均値は、 $0.5 \sim 90 \mu m$ であるのが好ましく、 $1 \sim 50 \mu m$ であるのがより好ましい。溝54の幅 $L_1$ の平均値が下限値未満であると、周面53とパドル7との間に侵入したガスを排出するガス抜き効果が低下し、ディンプル矯正手段としての効果が十分に発揮されない場合がある。一方、溝54の幅 $L_1$ の平均値が上限値を超えると、溝54で面積の大きいディンプルが発生し、結晶粒が粗大化する場合がある。

## 【0073】

凸条55の幅(最大幅) $L_2$ の平均値は、 $0.5 \sim 95 \mu m$ であるのが好まし

く、 $1 \sim 50 \mu\text{m}$ であるのがより好ましい。凸条 55 の幅  $L_2$  の平均値が下限値未満であると、ディンプルの矯正手段として、凸条が十分に機能しなくなり、結果として、大面積のディンプルが形成される場合がある。一方、凸条 55 の幅  $L_2$  の平均値が上限値を超えると、凸条の表面積が大きくなり、凸条とパドルとの間にディンプルが形成される場合がある。

#### 【0074】

溝 54 の最大深さ（または凸条 55 の最大高さ） $L_3$  の平均値は、 $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ であるのが好ましく、 $1 \sim 10 \mu\text{m}$ であるのがより好ましい。溝 54 の深さ  $L_3$  の平均値が下限値未満であると、周面 53 とパドル 7 との間に侵入したガスを排出するガス抜き効果が低下し、ディンプル矯正手段としての効果が十分に発揮されない場合がある。一方、溝 54 の深さ  $L_3$  の平均値が上限値を超えると、溝 54 を流れるガス流の流速が増大するとともに、渦を伴う乱流となり易くなり、ディンプル矯正手段としての効果が十分に発揮されない場合がある。

#### 【0075】

並設されている溝 54（または並設されている凸条 55）のピッチ  $L_4$  は、ロール面 81 上に形成されるディンプル 9 の 1 個あたりの大きさや、ディンプル 9 の総面積を規定する重要な要件である。並設されている溝 54（または並設されている凸条 55）のピッチ  $L_4$  の平均値は、 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$ であるのが好ましく、 $3 \sim 50 \mu\text{m}$ であるのがより好ましい。溝 54 のピッチ  $L_4$  の平均値がこのような範囲の値であると、溝 54（または凸条 55）がディンプル矯正手段として十分に機能し、かつパドル 7 との接触部分－非接触部分の間隔が十分小さくなる。その結果、周面 53 に接触している部分と接触していない部分との冷却速度の差は、十分小さくなり、得られる急冷薄帯 8 の結晶粒径、磁気特性のバラツキは小さくなる。

#### 【0076】

周面 53 上における溝 54（または凸条 55）の占める投影面積（周面に投影したときの面積）の割合は、 $10\%$ 以上であるのが好ましく、 $30 \sim 99.5\%$ であるのがより好ましい。周面 53 上における溝 54（または凸条 55）の占める投影面積の割合が  $10\%$ 未満であると、周面 53 とパドル 7 との間に巻き込ま

れるガス量に対して、ガス抜きのための流路が十分に確保されず、周面53とパドル7との間にガスが残存し、その結果、巨大ディンプルを形成し易くなる。

【0077】

溝54および凸条55は、いかなる方法で形成されたものであってもよい。

溝54は、例えば、冷却ロール5の周面53に対し、切削、転写（圧転）、研削、ブラスト処理等の各種機械加工、レーザー加工、放電加工、化学エッチング等を施すことにより形成することができる。その中でも、溝54の幅、深さ、並設された溝54のピッチ等の精度を高くすることが比較的容易である点で、機械加工、特に、切削であるのが好ましい。

【0078】

また、凸条55は、例えば、周面53に前述した溝54の形成方法による加工を施した結果、（周面53上に残存する部分として）形成されたものであってもよい。

【0079】

ロール基材51の外周面上に表面層52が設けられる場合（表面層52がロール基材51と一体形成されていない場合）、溝54または凸条55は、表面層に直接、前述した方法により形成されたものであっても、そうでなくてもよい。すなわち、図8に示すように、表面層52を設けた後、その表面層に前述した方法により溝54または凸条を形成してもよいが、図9に示すように、ロール基材51の外周面上に、前述した方法により溝または凸条を形成した後、表面層52を形成してもよい。この場合、表面層52の厚さをロール基材51に形成された溝の深さまたは凸条の高さに比べて小さくすることにより、結果として、表面層52の表面に機械加工を施すことなく、周面53上にディンプル矯正手段である溝54または凸条55が形成される。この場合、表面層52の表面に機械加工等が施されないため、その後、研磨等が施されなくても周面53の表面粗さRaを比較的小さくすることができる。

【0080】

なお、図3、図5（後述する図11、図13、図15、図17、図18も同様）では、ロール基材と表面層との境界は、省略して示した。

## 【0081】

## [磁石材料の合金組成]

本発明の磁石材料（薄帯状磁石材料および粉末状磁石材料）は、 $R_x (Fe_{1-y}Co_y)_{100-x-z}B_z$ （ただし、Rは、少なくとも1種の希土類元素、 $x: 10 \sim 15$ 原子%、 $y: 0 \sim 0.30$ 、 $z: 4 \sim 10$ 原子%）で表される合金組成からなるものである。磁石材料がこのような合金組成を有することにより、特に、磁気特性、耐熱性に優れた磁石を得ることが可能となる。

## 【0082】

R（希土類元素）としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、ミッシュメタルが挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。

## 【0083】

Rの含有量（含有率）は、 $10 \sim 15$ 原子%とされる。Rが $10$ 原子%未満では、十分な保磁力が得られない。一方、Rが $15$ 原子%を超えると、構成組織中における $R_2TM_{14}B$ 型相（ハード磁性相）の存在比率が低下し、十分な残留磁束密度が得られなくなる。

## 【0084】

ここで、RはNdおよび／またはPrを主とする希土類元素であるのが好ましい。その理由は、これらの希土類元素は、後述する $R_2TM_{14}B$ 型相（ハード磁性相）の飽和磁化を高め、また磁石として良好な保磁力を実現するために有効だからである。

## 【0085】

また、Rは、Prを含み、その割合がR全体に対し $5 \sim 75\%$ であるのが好ましく、 $20 \sim 60\%$ であるのがより好ましい。この範囲であると、残留磁束密度の低下をほとんど生じることなく、保磁力および角型性を向上させることができるためである。

## 【0086】

また、Rは、Dyを含み、その割合がR全体に対し $14\%$ 以下であるのが好ましい。この範囲であると、残留磁束密度の著しい低下を生じることなく、保磁力

を向上させることができると共に、温度特性（熱的安定性）の向上も可能となるからである。

【0087】

Coは、Feと同様の特性を有する遷移金属である。このCoを添加すること（Feの一部を置換すること）により、キュリー温度が高くなり、温度特性が向上するが、Feに対するCoの置換比率が0.30を超えると、結晶磁気異方性の減少による保磁力の低下を招くとともに、残留磁束密度も低下する。Feに対するCoの置換比率が0.05～0.20の範囲では、温度特性の向上のみならず、残留磁束密度自体も向上するので、さらに好ましい。

【0088】

B（ボロン）は、高い磁気特性を得るのに有効な元素であり、その含有量は、4～10原子%とされる。Bが4原子%未満であると、B-H（J-H）ループにおける角型性が悪くなる。一方、Bが10原子%を超えると、非磁性相が多くなり、残留磁束密度が急減する。

【0089】

また、磁気特性をさらに向上させる等の目的で、磁石材料を構成する合金中には、必要に応じ、Al、Cu、Si、Ga、Ti、V、Ta、Zr、Nb、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge、Cr、Wよりなる群（以下この群を「Q」で表す）から選択される少なくとも1種の元素を含有することもできる。Qに属する元素を含有する場合、その含有量は、2原子%以下であるのが好ましく、0.1～1.5原子%であるのがより好ましく、0.2～1.0原子%であるのがさらに好ましい。

【0090】

Qに属する元素の含有は、その種類に応じた固有の効果を発揮する。例えば、Al、Cu、Si、Ga、V、Ta、Zr、Cr、Nbは、耐食性を向上させる効果がある。

【0091】

また、磁石材料は、主として、ハード磁性相である $R_2TM_{14}B$ 型相（ただし、TMは少なくとも1種の遷移金属）で構成されたものであるのが好ましい。磁

石材料が主として $R_2TM_{14}B$ 型相で構成されたものであると、保磁力が特に優れたものとなるとともに、耐熱性も向上する。

【0092】

また、磁石材料の全構成組織（非晶質組織も含む）中に占める $R_2TM_{14}B$ 型相の体積率は、80%以上であるのが好ましく、85%以上であるのがより好ましい。磁石材料の全構成組織中に占める $R_2TM_{14}B$ 型相の体積率が80%未満であると、保磁力、耐熱性が低下する傾向を示す。

【0093】

このような $R_2TM_{14}B$ 型相は、その平均結晶粒径が500nm以下であるのが好ましく、200nm以下であるのがより好ましく、10～120nm程度がさらに好ましい。 $R_2TM_{14}B$ 型相の平均結晶粒径が500nmを超えると、磁気特性、特に保磁力および角型性の向上が十分に図れない場合がある。

【0094】

なお、磁石材料は、 $R_2TM_{14}B$ 型相以外の構成組織（例えば、 $R_2TM_{14}B$ 型相以外のハード磁性相、ソフト磁性相、常磁性相、非磁性相、非晶質組織等）を含むものであってもよい。

【0095】

〔薄帯状磁石材料の製造〕

次に、前述した冷却ロール5を用いた薄帯状磁石材料（急冷薄帯）の製造について説明する。

【0096】

薄帯状磁石材料は、磁石材料の溶湯を冷却ロールの周面に衝突させ、冷却固化することにより製造される。以下、その一例について説明する。

【0097】

図1に示すように、急冷薄帯製造装置1は、チャンバー（図示せず）内に設置され、該チャンバー内に不活性ガスやその他の雰囲気ガスが充填された状態で作動する。特に、急冷薄帯8の酸化を防止するために、雰囲気ガスは、不活性ガスであるのが好ましい。不活性ガスとしては、例えばアルゴンガス、ヘリウムガス、窒素ガス等が挙げられる。



## 【0098】

雰囲気ガスの圧力は、特に限定されないが、1～760 Torrであるのが好ましい。

## 【0099】

筒体2内の溶湯6の液面には、チャンバーの内圧より高い所定の圧力がかけられている。溶湯6は、この筒体2内の溶湯6の液面に作用する圧力と筒体2内における液面の高さに比例してかかる圧力との和と、チャンバー内の雰囲気ガスの圧力との差圧により、ノズル3から射出する。

## 【0100】

溶湯噴射圧（筒体2内の溶湯6の液面に作用する圧力と筒体2内における液面の高さに比例してかかる圧力との和と、チャンバー内の雰囲気ガスの圧力との差圧）は、特に限定されないが、10～100 kPaであるのが好ましい。

## 【0101】

急冷薄帯製造装置1では、筒体2内に磁石材料を入れ、コイル4により加熱して溶融し、その溶湯6をノズル3から射出すると、図1に示すように、溶湯6は、冷却ロール5の周面53に衝突し、パドル（湯溜り）7を形成した後、回転する冷却ロール5の周面53に引きずられつつ急速に冷却されて凝固し、急冷薄帯8が連続的または断続的に形成される。このとき、パドル7と周面53との間にガスが侵入すると、急冷薄帯8のロール面81にディンプル9が形成されるが、冷却ロール5の周面53上にディンプル矯正手段（溝54および凸条55）が設けられていることにより、ディンプル9は分割される。このようにして形成された急冷薄帯8は、やがて、そのロール面81が周面53から離れ、図1中の矢印B方向に進行する。

## 【0102】

このように、周面53上にディンプル矯正手段が設けられることにより、ロール面81における巨大ディンプルの発生が防止され、パドル7の不均一な冷却が防止される。その結果、結晶粒径のバラツキが小さく、磁気特性に優れた急冷薄帯8が得られる。

## 【0103】

また、急冷薄帯 8 を実際に製造するに際しては、必ずしもノズル 3 を冷却ロール 5 の回転軸 5 0 の真上に設置しなくてもよい。

【0104】

冷却ロール 5 の周速度は、合金溶湯の組成、表面層 5 2 の構成材料（組成）、周面 5 3 の表面性状（特に、周面 5 3 の溶湯 6 に対する濡れ性）等によりその好適な範囲が異なるが、磁気特性向上のために、通常、 $5 \sim 60 \text{ m/秒}$ であるのが好ましく、 $10 \sim 40 \text{ m/秒}$ であるのがより好ましい。冷却ロール 5 の周速度が下限値未満であると、溶湯 6（パドル 7）の冷却速度が低下し、結晶粒径が増大する傾向を示し、磁気特性が低下する場合がある。一方、冷却ロール 5 の周速度が上限値を超えると、逆に冷却速度が大きくなり、非晶質組織が占める割合が大きくなり、その後に、後述する熱処理を施したとしても、磁気特性が十分に向上しない場合がある。

【0105】

以上のようにして得られた急冷薄帯 8 は、その幅  $w$  および厚さができるだけ均一であるものが好ましい。この場合、急冷薄帯 8 の平均厚さ  $t$  は、 $8 \sim 50 \mu\text{m}$  程度であるのが好ましく、 $10 \sim 40 \mu\text{m}$  程度であるのがより好ましい。平均厚さ  $t$  が下限値未満であると、非晶質組織が占める割合が大きくなり、その後に、後述する熱処理を施したとしても磁気特性が十分に向上しない場合がある。単位時間当たりの生産性も低下する。一方、平均厚さ  $t$  が上限値を超えると、フリー面 8 2 側の結晶粒径が粗大化する傾向を示すため、磁気特性が低下する場合がある。

【0106】

このようにして得られる本発明の急冷薄帯 8 は、ロール面 8 1 の少なくとも一部に、冷却ロール 5 の周面 5 3 の表面形状が転写（部分的な転写も含む）されることがある。これにより、冷却ロール 5 の周面 5 3 の表面形状（溝 5 4 または凸条 5 5）に対応する凸条 8 3 または溝 8 4 が形成される。このようにして、凸条 8 3 または溝 8 4 が形成されることにより、ディンプル 9 が効率よく分割され、ディンプル 9 の 1 個あたりの面積が小さくなっている。また、冷却ロール 5 の周面 5 3 上に形成された溝 5 4 のガス抜き効果により、ディンプル 9 の総面積も減

少している。その結果、急冷薄帯 8 の各部位における結晶粒径のバラツキが小さくなり、優れた磁気特性が得られる。

【0107】

急冷薄帯 8 のロール面 8 1 において、凝固時に形成された  $2000\mu\text{m}^2$  以上のディンプル 9（巨大ディンプル）の占める投影面積の割合は、10%以下であるのが好ましく、5%以下であるのがより好ましい。巨大ディンプルの占める投影面積の割合が10%を超えると、冷却ロール 5 と接触していた部分に比べ、冷却速度が極端に小さい部分（特に、巨大ディンプルの中央部付近）の占める面積の割合が大きくなり、急冷薄帯 8 全体としての磁気特性が低下する。

【0108】

なお、ディンプルの投影面積の割合は、ロール面 8 1 上の所定の面積中に占める面積率として算出される。特に、ロール面 8 1 上の数箇所以上について算出した面積率の平均値を取るのが好ましい。

【0109】

急冷薄帯 8 のロール面 8 1 において、凝固時に形成されたディンプル 9 の占める投影面積（総面積）の割合は、40%以下であるのが好ましく、30%以下であるのがより好ましい。ディンプル 9 の占める投影面積（総面積）の割合が大きすぎると、凝固時における冷却速度が全体として低下することとなり、その結果、結晶粒径の粗大化が起こり、得られる急冷薄帯 8 の磁気特性が低下する。

【0110】

なお、得られた急冷薄帯 8 に対しては、例えば、非晶質組織（アモルファス組織）の再結晶化の促進、組織の均質化等を目的として、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、 $400\sim 900^{\circ}\text{C}$  で、0.2～300分程度とすることができる。

【0111】

また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば  $1\times 10^{-1}\sim 1\times 10^{-6}\text{Torr}$ ）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

【0112】

以上のようにして得られた急冷薄帯（薄帯状磁石材料）8は、微細結晶組織、もしくは微細結晶が非晶質組織中に含まれるような組織となり、優れた磁気特性が得られる。

#### 【0113】

なお、以上では、急冷法として、単ロール法を例に説明したが、双ロール法を採用してもよい。このような急冷法は、金属組織（結晶粒）を微細化することができるので、ボンド磁石の磁石特性、特に保磁力等を向上させるのに有効である。

#### 【0114】

##### 〔粉末状磁石材料（磁石粉末）の製造〕

以上のようにして製造された急冷薄帯（薄帯状磁石材料）8を粉砕することにより、本発明の粉末状磁石材料（磁石粉末）が得られる。

#### 【0115】

粉砕の方法は、特に限定されず、例えばボールミル、振動ミル、ジェットミル、ピンミル等の各種粉砕装置、破砕装置を用いて行うことができる。この場合、粉砕は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$  Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うこともできる。

#### 【0116】

磁石粉末の平均粒径は、特に限定されないが、後述するボンド磁石（希土類ボンド磁石）を製造するためのものの場合、磁石粉末の酸化防止と、粉砕による磁気特性劣化の防止とを考慮して、 $1 \sim 300 \mu\text{m}$ であるのが好ましく、 $5 \sim 150 \mu\text{m}$ であるのがより好ましい。

#### 【0117】

また、ボンド磁石の成形時のより良好な成形性を得るために、磁石粉末の粒径分布は、ある程度分散されている（バラツキがある）のが好ましい。これにより、得られたボンド磁石の空孔率を低減することができ、その結果、ボンド磁石中の磁石粉末の含有量を同じとしたときに、ボンド磁石の密度や機械的強度をより高めることができ、磁気特性をさらに向上することができる。

## 【0118】

なお、得られた磁石粉末に対しては、例えば、粉碎により導入されたひずみの影響の除去、結晶粒径の制御を目的として、熱処理を施すこともできる。この熱処理の条件としては、例えば、350～850℃で、0.2～300分程度とすることができる。

## 【0119】

また、この熱処理は、酸化を防止するために、真空または減圧状態下（例えば  $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$  Torr）、あるいは窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス等の不活性ガス中のような、非酸化性雰囲気中で行うのが好ましい。

## 【0120】

このような磁石粉末を用いてボンド磁石を製造した場合、該磁石粉末は、結合樹脂との結合性（結合樹脂の濡れ性）が良く、そのため、このボンド磁石は、機械的強度が高く、熱安定性（耐熱性）、耐食性が優れたものとなる。従って、当該磁石粉末は、ボンド磁石の製造に適しており、製造されたボンド磁石は、信頼性の高いものとなる。

## 【0121】

## [ボンド磁石およびその製造]

次に、本発明のボンド磁石について説明する。

## 【0122】

本発明のボンド磁石は、好ましくは、前述の磁石粉末（粉末状磁石材料）を結合樹脂で結合してなるものである。

## 【0123】

結合樹脂（バインダー）としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでもよい。

## 【0124】

熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド（例：ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6-12、ナイロン6-66）、熱可塑性ポリイミド、芳香族ポリエステル等の液晶ポリマー、ポリフェニレンオキシド、ポリフェニレンサルファ

イド、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、変性ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリアセタール等、またはこれらを主とする共重合体、ブレンド体、ポリマーアロイ等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

#### 【0125】

これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高いことから、ポリアミド、耐熱性向上の点から、液晶ポリマー、ポリフェニレンサルファイドを主とするものが好ましい。また、これらの熱可塑性樹脂は、磁石粉末との混練性にも優れている。

#### 【0126】

このような熱可塑性樹脂は、その種類、共重合化等により、例えば成形性を重視したものや、耐熱性、機械的強度を重視したものというように、広範囲の選択が可能となるという利点がある。

#### 【0127】

一方、熱硬化性樹脂としては、例えば、ビスフェノール型、ノボラック型、ナフタレン系等の各種エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリエステル（不飽和ポリエステル）樹脂、ポリアイミド樹脂、シリコーン樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

#### 【0128】

これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高く、耐熱性に優れるという点から、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリアイミド樹脂、シリコーン樹脂が好ましく、エポキシ樹脂が特に好ましい。また、これらの熱硬化性樹脂は、磁石粉末との混練性、混練の均一性にも優れている。

#### 【0129】

なお、使用される熱硬化性樹脂（未硬化）は、室温で液状のものでも、固形（

粉末状)のものでもよい。

【0130】

このような本発明のボンド磁石は、例えば次のようにして製造される。磁石粉末と、結合樹脂と、必要に応じ添加剤（酸化防止剤、潤滑剤等）とを混合、混練（例えば、温間混練）してボンド磁石用組成物（コンパウンド）を製造し、このボンド磁石用組成物を用いて、圧縮成形（プレス成形）、押出成形、射出成形等の成形方法により、無磁場中で所望の磁石形状に成形する。結合樹脂が熱硬化性樹脂の場合には、成形後、加熱等によりそれを硬化する。

【0131】

ここで、前記3種の成形方法のうち、押出成形および射出成形（特に、射出成形）は、形状選択の自由度が広く、生産性が高い等の利点があるが、これらの成形方法では、良好な成形性を得るために、成形機内におけるコンパウンドの十分な流動性を確保しなければならないため、圧縮成形に比べて、磁石粉末の含有量を多くすること、すなわちボンド磁石を高密度化することができない。しかしながら、本発明では、後述するように、高い磁束密度が得られ、そのため、ボンド磁石を高密度化しなくても優れた磁気特性が得られるので、押出成形、射出成形により製造されるボンド磁石にもその利点を享受することができる。

【0132】

ボンド磁石中の磁石粉末の含有量（含有率）は、特に限定されず、通常は、成形方法や、成形性と高磁気特性との両立を考慮して決定される。具体的には、75～99.5wt%程度であるのが好ましく、85～97.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0133】

特に、ボンド磁石が圧縮成形により製造されたものの場合には、磁石粉末の含有量は、90～99.5wt%程度であるのが好ましく、93～98.5wt%程度であるのがより好ましい。

【0134】

また、ボンド磁石が押出成形または射出成形により製造されたもの場合には、磁石粉末の含有量は、75～98wt%程度であるのが好ましく、85～97

w t % 程度であるのがより好ましい。

【 0 1 3 5 】

ボンド磁石の密度  $\rho$  は、それに含まれる磁石粉末の比重、磁石粉末の含有量、空孔率等の要因により決定される。本発明のボンド磁石において、その密度  $\rho$  は特に限定されないが、 $4.5 \sim 6.6 \text{ Mg/m}^3$  程度であるのが好ましく、 $5.5 \sim 6.4 \text{ Mg/m}^3$  程度であるのがより好ましい。

【 0 1 3 6 】

本発明では、磁石粉末の残留磁束密度、保磁力が大きいので、ボンド磁石に成形した場合に、磁石粉末の含有量が多い場合はもちろんのこと、含有量が比較的少ない場合でも、優れた磁気特性（特に、高い最大磁気エネルギー積  $(BH)_{\text{max}}$ ）が得られる。

【 0 1 3 7 】

本発明のボンド磁石の形状、寸法等は特に限定されず、例えば、形状に関しては、例えば、円柱状、角柱状、円筒状（リング状）、円弧状、平板状、湾曲板状等のあらゆる形状のものが可能であり、その大きさも、大型のものから超小型のものまであらゆる大きさのものが可能である。特に、小型化、超小型化された磁石に有利であることは、本明細書中で度々述べている通りである。

【 0 1 3 8 】

本発明のボンド磁石は、保磁力（室温での固有保磁力） $H_{cJ}$  が  $320 \sim 1200 \text{ kA/m}$  であるのが好ましく、 $400 \sim 800 \text{ kA/m}$  がより好ましい。保磁力が前記下限値未満では、逆磁場がかかったときの減磁が顕著になり、また、高温における耐熱性が劣る。また、保磁力が前記上限値を超えると、着磁性が低下する。従って、保磁力  $H_{cJ}$  を上記範囲とすることにより、ボンド磁石（特に、円筒状磁石）に多極着磁等をするような場合に、十分な着磁磁場が得られないときでも、良好な着磁が可能となり、十分な磁束密度が得られ、高性能なボンド磁石を提供することができる。

【 0 1 3 9 】

本発明のボンド磁石は、最大磁気エネルギー積  $(BH)_{\text{max}}$  が  $40 \text{ kJ/m}^3$  以上であるのが好ましく、 $50 \text{ kJ/m}^3$  以上であるのがより好ましく、 $70 \sim 1$



$20\text{ kJ/m}^3$ であるのがさらに好ましい。最大磁気エネルギー積  $(BH)_{\max}$  が  $40\text{ kJ/m}^3$  未満であると、モータ用に用いた場合、その種類、構造によっては、十分なトルクが得られない。

#### 【0140】

以上説明したように、本実施形態の磁石材料の製造方法によれば、冷却ロール5の周面上に、ディンプル矯正手段として溝54および凸条55が設けられているため、ロール面81に形成されるディンプル9を分割することができる。そのため、巨大ディンプルの発生を防止し、パドル7の各部位における冷却速度の差を小さくすることができる。その結果、急冷薄帯8においては、結晶粒径のパラツキが小さく、高い磁気特性が安定して得られる。

#### 【0141】

したがって、前記急冷薄帯8から得られるボンド磁石は、優れた磁気特性を有している。また、ボンド磁石の製造に際し、高密度化を追求しなくても高い磁気特性を得ることができるため、成形性、寸法精度、機械的強度、耐食性、耐熱性等の向上を図ることができる。

#### 【0142】

次に、本発明の磁石材料の製造方法の第2実施形態について、説明する。

以下、磁石材料の製造方法の第2実施形態について、前記第1実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項の説明は省略する。

#### 【0143】

本実施形態では、磁石材料の製造に用いる冷却ロールの周面に設けられた溝（ガス抜き手段）の形状が、前記第1実施形態で用いたものとは異なる。

#### 【0144】

図10は、本発明の磁石材料の製造方法の第2実施形態で用いる冷却ロールを示す正面図、図11は、図10に示す冷却ロールの拡大断面図である。

#### 【0145】

図10に示すように、ディンプル矯正手段である溝54（または凸条55）は、冷却ロール5の回転軸50を中心とする螺旋状に形成されている。溝54（または凸条55）がこのような形状であると、比較的容易に、周面53全体にわた

り溝 5 4（または凸条 5 5）を形成することができる。例えば、冷却ロール 5 を一定速度で回転させておき、旋盤等の切削工具を回転軸 5 0 に対して平行に、一定速度で移動させながら、冷却ロール 5 の外周部を切削することによりこのような溝 5 4 を形成することができる。

【0 1 4 6】

なお、螺旋状の溝 5 4（または凸条 5 5）は、1 条（1 本）であっても、2 条（2 本）以上であってもよい。

【0 1 4 7】

溝 5 4（または凸条 5 5）の長手方向と、冷却ロール 5 の回転方向とのなす角  $\theta$ （絶対値）は、 $30^\circ$  以下であるのが好ましく、 $20^\circ$  以下であるのがより好ましい。 $\theta$  が  $30^\circ$  以下であると、冷却ロール 5 のあらゆる周速度において、周面 5 3 とパドル 7 との間に侵入したガスを効率よく排出することができる。そのため、ディンプルの分割がさらに起こり易くなり、ディンプルの 1 個あたりの面積、ディンプルの総面積は、さらに小さくなる。

【0 1 4 8】

周面 5 3 上の各部位において、 $\theta$  の値は、一定であっても、一定でなくてもよい。また、溝 5 4（または凸条 5 5）を 2 条以上有する場合、それぞれの溝 5 4（または凸条 5 5）について、 $\theta$  は、同一であっても、異なってもよい。

【0 1 4 9】

溝 5 4 は、周面 5 3 の縁部 5 6 において、開口部 5 7 で開口している。これにより、周面 5 3 とパドル 7 との間から溝 5 4 に排出されたガスがこの開口部 5 7 から冷却ロール 5 の側方へ排出されるため、排出されたガスが再び周面 5 3 とパドル 7 との間に侵入するのを効果的に防止することができ、ディンプルを矯正する効果がさらに向上する。図示の構成では、溝 5 4 は、両縁部に開口しているが、一方の縁部にのみ開口していてもよい。

【0 1 5 0】

次に、本発明の磁石材料の製造方法の第 3 実施形態について、説明する。

以下、磁石材料の製造方法の第 3 実施形態について、前記第 1 実施形態、第 2 実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項の説明は省略する。

## 【0151】

本実施形態では、磁石材料の製造に用いる冷却ロールの周面に設けられた溝（ガス抜き手段）の形状が、前記第1実施形態、第2実施形態で用いたものとは異なる。

## 【0152】

図12は、本発明の磁石材料の製造方法の第3実施形態で用いる冷却ロールを示す正面図、図13は、図12に示す冷却ロールの拡大断面図である。

## 【0153】

図12に示すように、周面53上には、螺旋の回転方向が互いに逆向きである少なくとも2本の溝54が形成されている。これらの溝54は、多点で交差している。

## 【0154】

このように、螺旋の回転方向が逆向きである溝54が形成されることにより、製造された急冷薄帯8が右巻きの溝から受ける横方向の力と左巻きの溝から受ける横方向の力とが相殺され、急冷薄帯8の図12中の横方向の移動が抑制され、進行方向が安定する。

## 【0155】

また、図12中、 $\theta_1$ 、 $\theta_2$ で示すそれぞれの回転方向の溝54の長手方向と冷却ロール5の回転方向とのなす角（絶対値）は、前述した $\theta$ と同様な範囲の値であるのが好ましい。

## 【0156】

次に、本発明の磁石材料の製造方法の第4実施形態について、説明する。

以下、磁石材料の製造方法の第4実施形態について、前記第1実施形態～第3実施形態との相違点を中心に説明し、同様の事項の説明は省略する。

## 【0157】

本実施形態では、磁石材料の製造に用いる冷却ロールの周面に設けられた溝（ガス抜き手段）の形状が、前記第1実施形態～第3実施形態で用いたものとは異なる。

## 【0158】

図 1 4 は、本発明の磁石材料の製造方法の第 4 実施形態で用いる冷却ロールを示す正面図、図 1 5 は、図 1 4 に示す冷却ロールの拡大断面図である。

【 0 1 5 9 】

図 1 4 に示すように、複数の溝 5 4 が、冷却ロール 5 の周面の幅方向のほぼ中央から両縁部 5 6 の方向に、ハの字状に形成されている。

【 0 1 6 0 】

このような溝 5 4 が形成された冷却ロール 5 を用いた場合、その回転方向との組み合わせにより、周面 5 3 とパドル 7 との間に侵入したガスをさらに高い効率で排出することができる。そのため、ディンプルの分割がさらに起こり易くなり、ディンプルの 1 個あたりの面積、ディンプルの総面積は、さらに小さくなる。

【 0 1 6 1 】

また、このようなパターンの溝が形成された場合、冷却ロール 5 の回転に伴って生じる、図 1 4 中、左右の両溝 5 4 からの力がつりあうことにより、冷却ロール 5 の幅方向のほぼ中央に急冷薄帯 8 がよせられるため、急冷薄帯 8 の進行方向が安定する。

【 0 1 6 2 】

なお、本発明では、ディンプル矯正手段の形状等の諸条件は、前述した第 1 実施形態～第 4 実施形態に限定されるものではない。

【 0 1 6 3 】

例えば、溝 5 4 は、図 1 6 に示すように間欠的に形成されたものであってもよい。また、溝 5 4 の断面形状は、特に限定されず、例えば、図 1 7、図 1 8 に示すようなものであってもよい。

【 0 1 6 4 】

また、ディンプル矯正手段は、前述したような溝や凸条に限らず、ディンプルを矯正する機能を有するものであればいかなるものでもよい。

【 0 1 6 5 】

このような冷却ロール 5 を用いても、前述した第 1 実施形態～第 4 実施形態と同様の効果が得られる。

【 0 1 6 6 】

## 【実施例】

以下、本発明の具体的実施例について説明する。

## 【0167】

## (実施例1)

図1～図3に示すように、周面にディンプル矯正手段を有する冷却ロールAを製造し、この冷却ロールAを備えた図1に示す構成の急冷薄帯製造装置を用意した。

## 【0168】

冷却ロールAは、以下のようにして製造した。

まず、銅（20℃における熱伝導率： $395\text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 、20℃における熱膨張率： $16.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）で構成されたロール基材（直径200mm、幅30mm）を用意し、その周面に切削加工を施し、ほぼ鏡面（表面粗さRa0.07 $\mu\text{m}$ ）とした。

## 【0169】

その後、さらに、切削加工を施し、ロール基材の回転方向に対し、ほぼ平行な溝を形成した。

## 【0170】

このロール基材の外周面に、セラミックスであるZrC（20℃における熱伝導率： $20.6\text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 、20℃における熱膨張率： $7.0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）の表面層をイオンプレーティングにより形成し、図1～図3に示すような冷却ロールAを得た。

## 【0171】

このようにして得られた冷却ロールAを備えた急冷薄帯製造装置を用いて、以下に述べるような方法で合金組成が $(\text{Nd}_{0.7}\text{Pr}_{0.3})_{10.5}\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{B}_6$ で表される急冷薄帯を製造した。

## 【0172】

まず、Nd、Pr、Fe、Bの各原料を秤量して母合金インゴットを鋳造した。

## 【0173】

急冷薄帯製造装置において、底部にノズル（円孔オリフィス）を設けた石英管内に前記母合金インゴットを入れた。急冷薄帯製造装置が収納されているチャンバー内を脱気した後、不活性ガス（ヘリウムガス）を導入し、所望の温度および圧力の雰囲気とした。

【0174】

その後、石英管内の母合金インゴットを高周波誘導加熱により溶解し、さらに、冷却ロールAの周速度を28 m/秒とし、溶湯の噴射圧（石英管の内圧と筒体内における液面の高さに比例してかかる圧力との和と、雰囲気圧との差圧）を40 kPa、雰囲気ガスの圧力を60 kPaとしたうえで、溶湯を冷却ロールAの回転軸のほぼ真上から冷却ロールAの頂部の周面に向けて噴射し、急冷薄帯（サンプルNo. 1a）を連続的に作製した。

【0175】

また、溝および凸条の形状を図10、図11に示すようなものとした以外は、前述した冷却ロールAと同様にして、6種の冷却ロール（冷却ロールB、C、D、E、F、G）を製造した。このとき、各冷却ロールの製造条件は、溝の平均幅、凸条の平均幅、溝の平均深さ（凸条の平均高さ）、および並設された溝（凸条）の平均ピッチが、互いに異なるものとなるように調整した。なお、いずれも、3本の切削工具を等間隔に設置した旋盤を用いて、併設された溝のピッチが周面上の各部位において、ほぼ一定となるように3条の溝を形成した。なお、溝の長手方向と冷却ロールの回転方向とのなす角 $\theta$ は、いずれの冷却ロールも $5^\circ$ であった。前記急冷薄帯製造装置の冷却ロールAをこれらの冷却ロールに順次交換し、前述した条件で急冷薄帯（サンプルNo. 1b、No. 1c、No. 1d、No. 1e、No. 1f、No. 1g）を製造した。

【0176】

また、溝および凸条の形状を図12、図13に示すようなものとした以外は、前述した冷却ロールBと同様にして冷却ロールHを製造した。前記急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこの冷却ロールHに交換して、前述した条件で急冷薄帯（サンプルNo. 1h）を製造した。なお、溝の長手方向と冷却ロールの回転方向とのなす角 $\theta_1$ 、 $\theta_2$ は、いずれも $15^\circ$ であった。

## 【0177】

また、溝および凸条の形状を図14、図15に示すようなものとした以外は、前述した冷却ロールAと同様にして冷却ロールIを製造した。前記急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこの冷却ロールIに交換して、前述した条件で急冷薄帯（サンプルNo. 1i）を製造した。なお、溝の長手方向と冷却ロールの回転方向とのなす角 $\theta_1$ 、 $\theta_2$ は、いずれも $20^\circ$ であった。

## 【0178】

また、ロール基材の外周を切削加工によりほぼ鏡面とした後、溝、凸条を設けずに、そのまま表面層を形成したものを製造した以外は、前述した冷却ロールAと同様にして冷却ロールJを製造した。前記急冷薄帯製造装置の冷却ロールをこの冷却ロールJに交換して、前述した条件で急冷薄帯（サンプルNo. 1j）を製造した。

## 【0179】

前記冷却ロールA、B、C、D、E、F、G、H、I、Jの表面層の厚さは、いずれも、 $7\mu\text{m}$ であった。なお、表面層の形成後、該表面層に対し、機械加工は施さなかった。各冷却ロールについて、溝の幅 $L_1$ （平均値）、凸条の幅 $L_2$ （平均値）、溝の深さ（凸条の高さ） $L_3$ （平均値）、並設された溝（凸条）のピッチ $L_4$ （平均値）、冷却ロールの周面上における溝の占める投影面積の割合の測定値を表1に示す。

## 【0180】

【表 1】

表 1 冷却ロールの周面、溝および凸条の条件					
	溝の平均幅 $L_1$ ( $\mu\text{m}$ )	凸条の平均幅 $L_2$ ( $\mu\text{m}$ )	溝の平均深さ $L_3$ ( $\mu\text{m}$ )	平均ピッチ $L_4$ ( $\mu\text{m}$ )	溝の占める 投影面積の割合 (%)
冷却ロールA	22.5	2.5	3.5	25.0	90
冷却ロールB	20.0	40.0	3.0	40.0	50
冷却ロールC	10.0	12.0	1.5	12.0	83
冷却ロールD	27.0	90.0	8.0	90.0	30
冷却ロールE	30.0	50.0	2.0	50.0	60
冷却ロールF	28.0	68.0	5.3	68.0	41
冷却ロールG	5.0	7.5	1.0	7.5	67
冷却ロールH	9.5	15.0	2.5	15.0	63
冷却ロールI	20.0	30.0	1.5	30.0	67
冷却ロールJ	-	-	-	-	-

【0181】

冷却ロールA、B、C、D、E、F、G、H、I、Jを用いて製造した10種の急冷薄帯（サンプルNo. 1a、1b、1c、1d、1e、1f、1g、1h、1i、1j）について、走査型電子顕微鏡（SEM）を用い、ロール面の表面形状の観察を行った。その結果、サンプルNo. 1a、1b、1c、1d、1e、1f、1g、1h、1iの急冷薄帯（いずれも本発明）では、いずれも、冷却ロールの周面の表面形状（溝または凸条）が転写され、対応する凸条または溝が形成されており、これにより、ディンプルが分割されている様子が確認された。これに対し、サンプルNo. 1jの急冷薄帯（比較例）では、巨大ディンプルが



数多く存在することが確認された。

【0182】

サンプルNo. 1a、1b、1c、1d、1e、1f、1g、1h、1i、1jの急冷薄帯について、それぞれ、下記①および②の評価を行った。

【0183】

①急冷薄帯の磁気特性

それぞれの急冷薄帯について、長さ約5cmの急冷薄帯を取り出し、さらにそこから長さ約7mmのサンプルを5サンプル連続して作製し、それぞれのサンプルについて平均厚さ $t$ 、ロール面における巨大ディンプル ( $2000\mu\text{m}^2$ 以上)の占める投影面積の割合、ロール面におけるディンプルの占める投影面積(総面積)の割合および磁気特性を測定した。

【0184】

平均厚さ $t$ は、マイクロメーターにより1サンプルにつき20箇所の測定点で測定し、これを平均した値とした。ロール面における巨大ディンプル ( $2000\mu\text{m}^2$ 以上)の占める投影面積の割合およびロール面におけるディンプルの占める投影面積(総面積)の割合は、走査型電子顕微鏡(SEM)による観察の結果から求めた。磁気特性は、振動試料型磁力計(VSM)を用いて、残留磁束密度 $B_r$ (T)、保磁力 $H_{cJ}$ (kA/m)および最大磁気エネルギー積 $(BH)_{\text{max}}$ (kJ/m<sup>3</sup>)を測定した。測定に際しては、急冷薄帯の長軸方向を印加磁界方向とした。なお、反磁界補正は行わなかった。

【0185】

②ボンド磁石の磁気特性

それぞれの急冷薄帯に対し、アルゴンガス雰囲気中で、 $675^\circ\text{C} \times 300$ 秒の熱処理を施した。

【0186】

これら熱処理を施した急冷薄帯を粉碎し、平均粒径 $75\mu\text{m}$ の磁石粉末を得た。

【0187】

このようにして得られた各磁石粉末について、その相構成を分析するため、C

$u-K\alpha$ を用い、回折角 ( $2\theta$ ) が  $20^\circ \sim 60^\circ$  の範囲において、X線回折試験を行った。その結果、いずれの磁石粉末においても、回折パターンに現れた明確なピークは、ハード磁性相である  $R_2TM_{14}B$  型相によるもののみであった。

## 【0188】

また、各磁石粉末について、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて、構成組織の観察を行った。その結果、各磁石粉末は、いずれも、主として、ハード磁性相である  $R_2TM_{14}B$  型相で構成されるものであることが確認された。透過型電子顕微鏡 (TEM) による観察結果 (異なる10箇所での観察結果) から求められた全構成組織 (非晶質組織も含む) 中に占める  $R_2TM_{14}B$  型相の体積率は、いずれも85%以上であった。

また、各磁石粉末について、 $R_2TM_{14}B$  型相の平均結晶粒径を測定した。

## 【0189】

次に、各磁石粉末とエポキシ樹脂とを混合し、ボンド磁石用組成物 (コンパウンド) を作製した。このとき、磁石粉末とエポキシ樹脂との配合比率 (重量比) は、各サンプルについてほぼ等しい値とした。すなわち、各サンプル中の磁石粉末の含有量 (含有率) は、約97.5wt%であった。

## 【0190】

次いで、このコンパウンドを粉碎して粒状とし、この粒状物を秤量してプレス装置の金型内に充填し、温度  $120^\circ\text{C}$ 、圧力  $600\text{MPa}$  で圧縮成形 (無磁場中) してから冷却し、離型した後、 $175^\circ\text{C}$  で加熱硬化させて、直径  $10\text{mm}$  × 高さ  $8\text{mm}$  の円柱状のボンド磁石を得た。

## 【0191】

これらのボンド磁石について、磁場強度  $3.2\text{MA/m}$  のパルス着磁を施した後、直流自記磁束計 (東英工業 (株) 製、TRF-5BH) にて最大印加磁場  $2.0\text{MA/m}$  で磁気特性 (残留磁束密度  $B_r$ 、保磁力  $H_{cJ}$  および最大磁気エネルギー積  $(BH)_{\text{max}}$ ) を測定した。測定時の温度は、 $23^\circ\text{C}$  (室温) であった。

これらの結果を表2～表4に示す。

## 【0192】

【表 2】

表 2 急冷薄帯の特性 (サンプル No. 1a~1e) (実施例 1)

サンプル No.	急冷薄帯の 製造に用いた 冷却ロール	平均厚さ ( $\mu\text{m}$ )	巨大ディンプルの 占める投影面積の割合 (%)	ディンプルの 総面積の割合 (%)	$H_{cJ}$ ( $\text{kA}/\text{m}$ )	$B_r$ (T)	$(BH)_{\text{max}}$ ( $\text{kJ}/\text{m}^3$ )
1a (本発明)	冷却ロール A	1	2.3	23	647	0.92	123
		2	1.8	19	649	0.92	126
		3	2.4	24	652	0.91	121
		4	1.7	18	650	0.94	130
		5	1.8	19	648	0.92	124
1b (本発明)	冷却ロール B	1	2.5	25	638	0.90	119
		2	2.3	23	640	0.91	120
		3	2.1	20	635	0.92	124
		4	2.6	26	625	0.89	115
		5	2.4	25	629	0.90	118
1c (本発明)	冷却ロール C	1	0.2	12	656	0.96	137
		2	0.3	15	657	0.95	133
		3	0.1	10	660	0.96	139
		4	0.3	11	654	0.95	135
		5	0.2	13	658	0.95	137
1d (本発明)	冷却ロール D	1	4.1	36	612	0.86	108
		2	3.0	31	623	0.88	114
		3	3.9	35	616	0.86	110
		4	3.8	35	619	0.87	111
		5	3.5	33	620	0.87	112
1e (本発明)	冷却ロール E	1	2.1	20	642	0.92	124
		2	2.0	18	645	0.93	126
		3	2.1	23	641	0.92	123
		4	2.3	24	635	0.91	120
		5	2.4	22	638	0.90	119

合金組成:  $(\text{Nd}_{0.7}\text{Pr}_{0.3})_{10.5}\text{Fe}_{89.5}$ 

【0193】

【表 3】

表 3 急冷薄帯の特性 (サンプルNo. 1f~1j) (実施例1)

サンプル No.	急冷薄帯の 製造に用いた 冷却ロール	平均厚さ ( $\mu\text{m}$ )	巨大ディンブルの 占める投影面積の割合 (%)	ディンブルの 総面積の割合 (%)	$H_{c,j}$ ( $\text{kA}/\text{m}$ )	Br (T)	(BH) <sub>max</sub> ( $\text{kJ}/\text{m}^3$ )
1f (本発明)	冷却ロールF	1	1.9	18	645	0.93	129
		2	2.3	22	637	0.91	120
		3	1.8	20	643	0.93	127
		4	2.0	23	640	0.93	125
		5	2.2	21	638	0.92	122
1g (本発明)	冷却ロールG	1	0.4	16	651	0.94	132
		2	0.3	15	653	0.94	133
		3	0.6	17	649	0.94	130
		4	0.2	12	658	0.96	138
		5	0.3	11	655	0.95	135
1h (本発明)	冷却ロールH	1	1.1	17	644	0.93	127
		2	0.9	17	648	0.94	131
		3	1.3	19	642	0.93	125
		4	1.1	18	646	0.93	129
		5	1.4	21	639	0.92	124
1i (本発明)	冷却ロールI	1	2.3	24	641	0.91	120
		2	2.1	22	640	0.92	124
		3	2.4	25	635	0.91	118
		4	2.2	22	639	0.92	122
		5	2.5	26	636	0.90	117
1j (比較例)	冷却ロールJ	1	18.6	45	382	0.69	59
		2	23.1	55	303	0.81	74
		3	20.5	48	376	0.71	62
		4	27.3	60	340	0.72	65
		5	16.2	50	328	0.75	68

合金組成:  $(\text{Nd}_{0.7}\text{Pr}_{0.3})_{10.5}\text{Fe}_{91.5}\text{B}_6$ 

【0194】

【表 4】

表 4 ハード磁性相の平均結晶粒径とボンド磁石の磁気特性 (実施例 1)

急冷薄帯の サンプル No.	平均結晶粒径 (nm)	$H_{cJ}$ (kA/m)	$B_r$ (T)	$(BH)_{max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )
1a (本発明)	32	648	0.78	89
1b (本発明)	38	631	0.77	83
1c (本発明)	25	655	0.81	98
1d (本発明)	40	615	0.75	80
1e (本発明)	37	643	0.77	86
1f (本発明)	30	639	0.79	88
1g (本発明)	27	650	0.80	95
1h (本発明)	28	642	0.80	92
1i (本発明)	34	638	0.78	85
1j (比較例)	65	345	0.62	41

合金組成:  $(Nd_{0.7}Pr_{0.3})_{10.5}Fe_{bal.}B_6$ 

【0195】

表 2 および表 3 から明らかなように、サンプル No. 1a、1b、1c、1d、1e、1f、1g、1h、1i の急冷薄帯（いずれも本発明）では、巨大ディンプルの占める面積の割合が 0.1～4.1% と小さく、ディンプルの占める面積（総面積）の割合も小さくなっている。また、磁気特性のバラツキが小さく、全体として磁気特性が高い。これは、以下のような理由によるものであると推定される。

【0196】

冷却ロール A、B、C、D、E、F、G、H、I は、その周面上に、ディン

ル矯正手段を有している。そのため、急冷薄帯のロール面への巨大ディンプルの発生は、防止または抑制され、ディンプルの1個あたりの面積が小さくなり、ディンプルの占める面積（総面積）の割合も小さくなる。このため、パドルの各部位における冷却速度の差は小さくなり、結果として、結晶粒径、磁気特性のバラツキの小さい急冷薄帯が得られるものと考えられる。

## 【0197】

これに対し、サンプルNo. 1jの急冷薄帯（比較例）では、巨大ディンプルの占める面積の割合が16.2～27.3%と大きく、ディンプルの占める面積（総面積）の割合も本発明の急冷薄帯に比べ、大きくなっている。また、連続した急冷薄帯から切り出したサンプルであるにもかかわらず、磁気特性のバラツキが大きい。これは、以下のような理由によるものであると推定される。

## 【0198】

周面とパドルとの間に侵入したガスにより、急冷薄帯のロール面に巨大なディンプルが形成される。このため、周面に接触している部分における冷却速度は大きいのにに対し、周面に接触していない部分（特に、巨大ディンプルの中央部付近）における冷却速度は低下し、結晶粒径の粗大化が起こる。その結果、得られる急冷薄帯の磁気特性のバラツキは大きくなると考えられる。

## 【0199】

また、表4から明らかなように、サンプルNo. 1a、1b、1c、1d、1e、1f、1g、1h、1iの急冷薄帯（いずれも本発明）によるボンド磁石では、優れた磁気特性が得られているのに対し、サンプルNo. 1jの急冷薄帯（比較例）によるボンド磁石は、低い磁気特性しか有していない。

## 【0200】

これは、以下のような理由によるものであると考えられる。

すなわち、サンプルNo. 1a、1b、1c、1d、1e、1f、1g、1h、1iの急冷薄帯（いずれも本発明）は、磁気特性が高く、かつ磁気特性のバラツキが小さいため、これらの急冷薄帯を用いて製造された各ボンド磁石も優れた磁気特性が得られるものと考えられる。これに対し、サンプルNo. 1jの急冷薄帯は、磁気特性のバラツキが大きいため、この急冷薄帯を用いて製造されたボ

ンド磁石も、全体としての磁気特性が低下するものと考えられる。

#### 【0201】

##### (実施例2)

急冷薄帯の合金組成が $\text{Nd}_{11.5}\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{B}_{4.6}$ で表されるものとなるようにした以外は、前記実施例1と同様にして、前述した冷却ロールA、B、C、D、E、F、G、H、I、Jを用いて、10種の急冷薄帯（サンプルNo. 2a、2b、2c、2d、2e、2f、2g、2h、2i、2j）を製造した。

#### 【0202】

これら10種の急冷薄帯について、走査型電子顕微鏡（SEM）を用い、ロール面の表面形状の観察を行った。その結果、サンプルNo. 2a、2b、2c、2d、2e、2f、2g、2h、2iの急冷薄帯（いずれも本発明）では、いずれも、冷却ロールの周面の表面形状（溝または凸条）が転写され、対応する凸条または溝が形成されており、これにより、ディンプルが分割されている様子が確認された。これに対し、サンプルNo. 2jの急冷薄帯（比較例）では、巨大ディンプルが数多く存在することが確認された。

#### 【0203】

サンプルNo. 2a、2b、2c、2d、2e、2f、2g、2h、2i、2jの急冷薄帯について、それぞれ、前記実施例1と同様にして、急冷薄帯の磁気特性の測定を行った。

#### 【0204】

その後、それぞれの急冷薄帯に対し、アルゴンガス雰囲気中で、 $675^{\circ}\text{C} \times 300$ 秒の熱処理を施した。

#### 【0205】

これら熱処理を施した急冷薄帯を粉砕し、平均粒径 $75\mu\text{m}$ の磁石粉末を得た。

#### 【0206】

このようにして得られた各磁石粉末について、その相構成を分析するため、Cu-K $\alpha$ を用い、回折角（ $2\theta$ ）が $20^{\circ} \sim 60^{\circ}$ の範囲において、X線回折試験を行った。その結果、いずれの磁石粉末においても、回折パターンに現れた明

確なピークは、ハード磁性相である  $R_2TM_{14}B$  型相によるもののみであった。

【0207】

また、各磁石粉末について、透過型電子顕微鏡（TEM）を用いて、構成組織の観察を行った。その結果、各磁石粉末は、いずれも、主として、ハード磁性相である  $R_2TM_{14}B$  型相で構成されるものであることが確認された。透過型電子顕微鏡（TEM）による観察結果（異なる10箇所での観察結果）から求められた全構成組織（非晶質組織も含む）中に占める  $R_2TM_{14}B$  型相の体積率は、いずれも95%以上であった。

また、各磁石粉末について、 $R_2TM_{14}B$  型相の平均結晶粒径を測定した。

【0208】

これらの各磁石粉末を用いて、前記実施例1と同様にして、ボンド磁石を製造し、得られた各ボンド磁石の磁気特性の測定を行った。

これらの結果を表5～表7に示す。

【0209】



【表 5】

表 5 急冷薄帯の特性 (サンプルNo. 2a~2e) (実施例2)

サンプル No.	急冷薄帯の 製造に用いた 冷却ロール	平均厚さ ( $\mu\text{m}$ )	巨大ディンプルの 占める投影面積の割合 (%)	ディンプルの 総面積の割合 (%)	$H_{cJ}$ ( $\text{kA}/\text{m}$ )	$B_r$ (T)	$(BH)_{\text{max}}$ ( $\text{kJ}/\text{m}^3$ )
2a (本発明)	冷却ロールA	1	1.9	19	852	0.89	127
		2	2.3	24	845	0.87	121
		3	2.1	20	848	0.88	125
		4	2.0	21	851	0.88	127
		5	1.9	26	843	0.87	122
2b (本発明)	冷却ロールB	1	2.4	22	838	0.85	115
		2	2.7	25	844	0.84	113
		3	2.6	26	842	0.85	115
		4	2.7	24	837	0.83	111
		5	2.2	25	839	0.85	117
2c (本発明)	冷却ロールC	1	0.2	11	854	0.91	133
		2	0.4	16	853	0.90	130
		3	0.2	12	860	0.91	136
		4	0.1	9	858	0.91	134
		5	0.3	14	852	0.90	131
2d (本発明)	冷却ロールD	1	3.2	31	820	0.83	110
		2	4.3	37	813	0.81	104
		3	3.9	36	822	0.82	106
		4	3.6	33	818	0.83	108
		5	4.2	35	817	0.82	107
2e (本発明)	冷却ロールE	1	2.2	23	845	0.87	123
		2	2.1	22	841	0.87	124
		3	2.4	28	836	0.86	122
		4	2.6	25	839	0.86	118
		5	2.3	21	842	0.86	121

合金組成:  $\text{Nd}_{11.5}\text{Fe}_{88.5}$ ,  $B_{4.6}$ 

【0210】

【表 6】

表 6 急冷薄帯の特性 (サンプル No. 2 f ~ 2 j) (実施例 2)

サンプル No.	急冷薄帯の 製造に用いた 冷却ロール	平均厚さ ( $\mu\text{m}$ )	巨大ディンプルの 占める投影面積の割合 (%)	ディンプルの 総面積の割合 (%)	$II_{(j)}$ ( $\text{kA}/\text{m}$ )	Br (T)	(BH) $_{\text{max}}$ ( $\text{kJ}/\text{m}^3$ )
2 f (本発明)	冷却ロール F	1	2.0	18	838	0.88	125
		2	2.1	19	842	0.87	124
		3	2.3	23	836	0.87	123
		4	2.2	22	846	0.88	127
		5	2.5	24	841	0.86	121
2 g (本発明)	冷却ロール G	1	0.7	14	850	0.89	129
		2	0.5	16	853	0.90	132
		3	0.4	13	847	0.91	133
		4	0.3	11	856	0.91	135
		5	0.5	12	853	0.90	130
2 h (本発明)	冷却ロール H	1	1.2	20	842	0.87	120
		2	1.5	19	846	0.86	116
		3	1.1	21	839	0.87	122
		4	1.3	19	843	0.86	118
		5	1.4	18	847	0.85	115
2 i (本発明)	冷却ロール I	1	2.3	25	835	0.86	117
		2	2.7	28	831	0.85	115
		3	2.2	24	840	0.86	120
		4	2.6	27	835	0.84	113
		5	2.4	24	832	0.85	116
2 j (比較例)	冷却ロール J	1	22.5	52	375	0.73	62
		2	16.5	44	453	0.66	55
		3	24.2	58	386	0.71	64
		4	17.7	49	463	0.63	51
		5	27.8	63	395	0.68	56

合金組成:  $\text{Nd}_{11.5}\text{Fe}_{88.5}$  B<sub>4.6</sub>

【0211】

【表 7】

表 7 ハード磁性相の平均結晶粒径とボンド磁石の磁気特性 (実施例 2)

急冷薄帯の サンプルNo.	平均結晶粒径 (nm)	$H_{cJ}$ (kA/m)	$B_r$ (T)	$(BH)_{max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )
2a (本発明)	29	847	0.75	91
2b (本発明)	37	838	0.73	83
2c (本発明)	26	851	0.77	95
2d (本発明)	42	819	0.71	80
2e (本発明)	32	840	0.75	89
2f (本発明)	30	839	0.75	90
2g (本発明)	28	852	0.76	93
2h (本発明)	34	843	0.75	87
2i (本発明)	36	830	0.74	85
2j (比較例)	67	390	0.55	39

合金組成: Nd<sub>11.5</sub>Fe<sub>88.5</sub> B<sub>4.6</sub>

## 【0212】

表5および表6から明らかなように、サンプルNo. 2a、2b、2c、2d、2e、2f、2g、2h、2iの急冷薄帯（いずれも本発明）では、巨大ディンプルの占める面積の割合が0.1～4.3%と小さく、ディンプルの占める面積（総面積）の割合も小さくなっている。また、磁気特性のバラツキが小さく、全体として磁気特性が高い。これは、以下のような理由によるものであると推定される。

## 【0213】

冷却ロールA、B、C、D、E、F、G、H、Iは、その周面上に、ディンプ

ル矯正手段を有している。そのため、急冷薄帯のロール面への巨大ディンプルの発生は、防止または抑制され、ディンプルの1個あたりの面積が小さくなり、ディンプルの占める面積（総面積）の割合も小さくなる。このため、パドルの各部位における冷却速度の差は小さくなり、結果として、結晶粒径、磁気特性のバラツキの小さい急冷薄帯が得られるものと考えられる。

【0214】

これに対し、サンプルNo. 2jの急冷薄帯（比較例）では、巨大ディンプルの占める面積の割合が16.5～27.8%と大きく、ディンプルの占める面積（総面積）の割合も本発明の急冷薄帯に比べ、大きくなっている。また、連続した急冷薄帯から切り出したサンプルであるにもかかわらず、磁気特性のバラツキが大きい。これは、以下のような理由によるものであると推定される。

【0215】

周面とパドルとの間に侵入したガスにより、急冷薄帯のロール面に巨大なディンプルが形成される。このため、周面に接触している部分における冷却速度は大きいのにに対し、周面に接触していない部分（特に、巨大ディンプルの中央部付近）における冷却速度は低下し、結晶粒径の粗大化が起こる。その結果、得られる急冷薄帯の磁気特性のバラツキは大きくなると考えられる。

【0216】

また、表7から明らかなように、サンプルNo. 2a、2b、2c、2d、2e、2f、2g、2h、2iの急冷薄帯（いずれも本発明）によるボンド磁石では、優れた磁気特性が得られているのに対し、サンプルNo. 2jの急冷薄帯（比較例）によるボンド磁石は、低い磁気特性しか有していない。

【0217】

これは、以下のような理由によるものであると考えられる。

すなわち、サンプルNo. 2a、2b、2c、2d、2e、2f、2g、2h、2iの急冷薄帯（いずれも本発明）は、磁気特性が高く、かつ磁気特性のバラツキが小さいため、これらの急冷薄帯を用いて製造された各ボンド磁石も優れた磁気特性が得られるものと考えられる。これに対し、サンプルNo. 2jの急冷薄帯は、磁気特性のバラツキが大きいため、この急冷薄帯を用いて製造されたボ

ンド磁石も、全体としての磁気特性が低下するものと考えられる。

【0218】

(実施例3)

急冷薄帯の合金組成が $\text{Nd}_{14.2}(\text{Fe}_{0.85}\text{Co}_{0.15})_{\text{bal.}}\text{B}_{6.8}$ で表されるものとなるようにした以外は、前記実施例1と同様にして、前述した冷却ロールA、B、C、D、E、F、G、H、I、Jを用いて、10種の急冷薄帯（サンプルNo. 3a、3b、3c、3d、3e、3f、3g、3h、3i、3j）を製造した。

【0219】

これら10種の急冷薄帯について、走査型電子顕微鏡（SEM）を用い、ロール面の表面形状の観察を行った。その結果、サンプルNo. 3a、3b、3c、3d、3e、3f、3g、3h、3iの急冷薄帯（いずれも本発明）では、いずれも、冷却ロールの周面の表面形状（溝または凸条）が転写され、対応する凸条または溝が形成されており、これにより、ディンプルが分割されている様子が確認された。これに対し、サンプルNo. 3jの急冷薄帯（比較例）では、巨大ディンプルが数多く存在することが確認された。

【0220】

サンプルNo. 3a、3b、3c、3d、3e、3f、3g、3h、3i、3jの急冷薄帯について、それぞれ、前記実施例1と同様にして、急冷薄帯の磁気特性の測定を行った。

【0221】

その後、それぞれの急冷薄帯に対し、アルゴンガス雰囲気中で、 $675^{\circ}\text{C} \times 300$ 秒の熱処理を施した。

【0222】

これら熱処理を施した急冷薄帯を粉碎し、平均粒径 $75\mu\text{m}$ の磁石粉末を得た。

【0223】

このようにして得られた各磁石粉末について、その相構成を分析するため、Cu-K $\alpha$ を用い、回折角（ $2\theta$ ）が $20^{\circ} \sim 60^{\circ}$ の範囲において、X線回折試

験を行った。その結果、いずれの磁石粉末においても、回折パターンに現れた明確なピークは、ハード磁性相である  $R_2TM_{14}B$  型相によるもののみであった。

【0224】

また、各磁石粉末について、透過型電子顕微鏡（TEM）を用いて、構成組織の観察を行った。その結果、各磁石粉末は、いずれも、主として、ハード磁性相である  $R_2TM_{14}B$  型相で構成されるものであることが確認された。透過型電子顕微鏡（TEM）による観察結果（異なる10箇所での観察結果）から求められた全構成組織（非晶質組織も含む）中に占める  $R_2TM_{14}B$  型相の体積率は、いずれも90%以上であった。

また、各磁石粉末について、 $R_2TM_{14}B$  型相の平均結晶粒径を測定した。

【0225】

これらの各磁石粉末を用いて、前記実施例1と同様にして、ボンド磁石を製造し、得られた各ボンド磁石の磁気特性の測定を行った。

これらの結果を表8～表10に示す。

【0226】

【表 8】

表 8 急冷薄帯の特性 (サンプル No. 3a~3e) (実施例 3)

サンプル No.	急冷薄帯の 製造に用いた 冷却ロール		平均厚さ ( $\mu\text{m}$ )	巨大ディンプルの 占める投影面積の割合 (%)	ディンプルの 総面積の割合 (%)	$H_{c,J}$ ( $\text{kA}/\text{m}$ )	$B_r$ (T)	$(BH)_{max}$ ( $\text{kJ}/\text{m}^3$ )
3a (本発明)	冷却ロールA	1	22	2.3	20	1087	0.84	122
		2	22	1.6	18	1092	0.85	126
		3	21	1.7	21	1090	0.85	125
		4	20	2.4	22	1084	0.84	120
		5	20	1.9	20	1089	0.84	123
3b (本発明)	冷却ロールB	1	22	1.9	19	1068	0.83	118
		2	23	2.4	22	1062	0.81	113
		3	24	2.3	22	1065	0.80	111
		4	23	2.2	21	1065	0.82	115
		5	23	2.2	23	1061	0.81	114
3c (本発明)	冷却ロールC	1	21	0.3	13	1100	0.85	126
		2	20	0.1	8	1112	0.86	131
		3	21	0.2	15	1103	0.85	126
		4	22	0.2	10	1108	0.86	127
		5	21	0.4	12	1095	0.85	125
3d (本発明)	冷却ロールD	1	24	3.1	32	1057	0.79	110
		2	25	4.0	38	1046	0.78	103
		3	22	3.7	39	1048	0.78	105
		4	26	3.6	36	1051	0.79	107
		5	22	3.3	35	1053	0.79	108
3e (本発明)	冷却ロールE	1	22	1.8	19	1079	0.84	124
		2	25	2.0	22	1080	0.83	121
		3	23	2.1	20	1076	0.82	118
		4	24	2.2	23	1075	0.82	117
		5	23	1.9	23	1078	0.83	122

合金組成:  $\text{Nd}_{14.2}(\text{Fe}_{0.85}\text{Co}_{0.15})_{54.1}\text{B}_{6.8}$ 

【0227】

【表 9】

表 9 急冷薄帯の特性 (サンプル No. 3 f ~ 3 j) (実施例 3)

サンプル N.O.	急冷薄帯の 製造に用いた 冷却ロール	平均厚さ ( $\mu\text{m}$ )	巨大ディンブルの 占める投影面積の割合 (%)	ディンブルの 総面積の割合 (%)	$H_{c,1}$ ( $\text{kA}/\text{m}$ )	B r (T)	(BH) $_{\text{max}}$ ( $\text{kJ}/\text{m}^3$ )	
3 f (本発明)	冷却ロールF	1	23	2.2	25	1074	0.82	119
		2	23	1.7	20	1076	0.84	126
		3	25	1.8	18	1077	0.83	124
		4	24	2.0	18	1075	0.83	121
		5	24	1.9	21	1073	0.84	123
3 g (本発明)	冷却ロールG	1	22	0.5	12	1089	0.85	124
		2	21	0.2	10	1096	0.86	127
		3	20	0.3	11	1098	0.85	125
		4	19	0.3	15	1091	0.83	121
		5	21	0.4	13	1093	0.84	123
3 h (本発明)	冷却ロールH	1	23	0.8	13	1083	0.85	127
		2	23	1.2	15	1081	0.83	123
		3	21	1.4	16	1082	0.83	122
		4	22	1.1	15	1080	0.85	126
		5	22	1.0	17	1078	0.82	121
3 i (本発明)	冷却ロールI	1	22	2.0	21	1074	0.82	116
		2	22	2.4	26	1070	0.82	120
		3	23	2.2	23	1072	0.81	115
		4	25	2.4	25	1069	0.82	119
		5	23	2.3	24	1071	0.83	122
3 j (比較例)	冷却ロールJ	1	35	15.6	43	560	0.61	53
		2	19	24.5	56	509	0.64	65
		3	38	17.8	49	575	0.60	51
		4	22	19.7	52	511	0.67	67
		5	18	28.1	61	537	0.62	59

合金組成:  $\text{Nd}_{14.2}(\text{Fe}_{0.85}\text{Co}_{0.15})_{94.1}\text{B}_{6.8}$ 

【0228】



【表10】

表 10 ハード磁性相の平均結晶粒径とボンド磁石の磁気特性 (実施例3)

急冷薄帯の サンプルNo.	平均結晶粒径 (nm)	H <sub>cJ</sub> (kA/m)	B <sub>r</sub> (T)	(BH) <sub>max</sub> (kJ/m <sup>3</sup> )
3a (本発明)	28	1085	0.71	86
3b (本発明)	36	1060	0.70	80
3c (本発明)	24	1102	0.72	89
3d (本発明)	41	1050	0.66	74
3e (本発明)	32	1078	0.71	82
3f (本発明)	30	1072	0.71	84
3g (本発明)	25	1090	0.72	88
3h (本発明)	27	1081	0.71	86
3i (本発明)	34	1069	0.70	81
3j (比較例)	62	545	0.53	45

合金組成: Nd<sub>14.2</sub> (Fe<sub>0.85</sub>Co<sub>0.15</sub>)<sub>bal.</sub> B<sub>6.8</sub>

【0229】

表8および表9から明らかなように、サンプルNo. 3a、3b、3c、3d、3e、3f、3g、3h、3iの急冷薄帯（いずれも本発明）では、巨大ディンプルの占める面積の割合が0.1～4.0%と小さく、ディンプルの占める面積（総面積）の割合も小さくなっている。また、磁気特性のバラツキが小さく、全体として磁気特性が高い。これは、以下のような理由によるものであると推定される。

【0230】

冷却ロールA、B、C、D、E、F、G、H、Iは、その周面上に、ディンプ

ル矯正手段を有している。そのため、急冷薄帯のロール面への巨大ディンプルの発生は、防止または抑制され、ディンプルの1個あたりの面積が小さくなり、ディンプルの占める面積（総面積）の割合も小さくなる。このため、パドルの各部位における冷却速度の差は小さくなり、結果として、結晶粒径、磁気特性のバラツキの小さい急冷薄帯が得られるものと考えられる。

#### 【0231】

これに対し、サンプルNo. 3jの急冷薄帯（比較例）では、巨大ディンプルの占める面積の割合が15.6～28.1%と大きく、ディンプルの占める面積（総面積）の割合も本発明の急冷薄帯に比べ、大きくなっている。また、連続した急冷薄帯から切り出したサンプルであるにもかかわらず、磁気特性のバラツキが大きい。これは、以下のような理由によるものであると推定される。

#### 【0232】

周面とパドルとの間に侵入したガスにより、急冷薄帯のロール面に巨大なディンプルが形成される。このため、周面に接触している部分における冷却速度は大きいのにに対し、周面に接触していない部分（特に、巨大ディンプルの中央部付近）における冷却速度は低下し、結晶粒径の粗大化が起こる。その結果、得られる急冷薄帯の磁気特性のバラツキは大きくなると考えられる。

#### 【0233】

また、表10から明らかなように、サンプルNo. 3a、3b、3c、3d、3e、3f、3g、3h、3iの急冷薄帯（いずれも本発明）によるボンド磁石では、優れた磁気特性が得られているのに対し、サンプルNo. 3jの急冷薄帯（比較例）によるボンド磁石は、低い磁気特性しか有していない。

#### 【0234】

これは、以下のような理由によるものであると考えられる。

すなわち、サンプルNo. 3a、3b、3c、3d、3e、3f、3g、3h、3iの急冷薄帯（いずれも本発明）は、磁気特性が高く、かつ磁気特性のバラツキが小さいため、これらの急冷薄帯を用いて製造された各ボンド磁石も優れた磁気特性が得られるものと考えられる。これに対し、サンプルNo. 3jの急冷薄帯は、磁気特性のバラツキが大きいため、この急冷薄帯を用いて製造されたボ

ンド磁石も、全体としての磁気特性が低下するものと考えられる。

【0235】

(比較例)

急冷薄帯の合金組成が  $\text{Pr}_3(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{\text{bal.}}\text{B}_{3.5}$  で表されるものとなるようにした以外は、前記実施例1と同様にして、前述した冷却ロールA、B、C、D、E、F、G、H、I、Jを用いて、10種の急冷薄帯(サンプルNo. 4a、4b、4c、4d、4e、4f、4g、4h、4i、4j)を製造した。

【0236】

これら10種の急冷薄帯について、走査型電子顕微鏡(SEM)を用い、ロール面の表面形状の観察を行った。その結果、サンプルNo. 4a、4b、4c、4d、4e、4f、4g、4h、4iの急冷薄帯では、いずれも、冷却ロールの周面の表面形状(溝または凸条)が転写され、対応する凸条または溝が形成されており、これにより、ディンプルが分割されている様子が確認された。これに対し、サンプルNo. 4jの急冷薄帯では、巨大ディンプルが数多く存在することが確認された。

【0237】

サンプルNo. 4a、4b、4c、4d、4e、4f、4g、4h、4i、4jの急冷薄帯について、それぞれ、前記実施例1と同様にして、急冷薄帯の磁気特性の測定を行った。

【0238】

その後、それぞれの急冷薄帯に対し、アルゴンガス雰囲気中で、 $675^{\circ}\text{C} \times 300$ 秒の熱処理を施した。

【0239】

これら熱処理を施した急冷薄帯を粉碎し、平均粒径  $75\mu\text{m}$  の磁石粉末を得た。

【0240】

このようにして得られた各磁石粉末について、その相構成を分析するため、Cu-K $\alpha$ を用い、回折角( $2\theta$ )が $20^{\circ} \sim 60^{\circ}$ の範囲において、X線回折試験を行った。その結果、回折パターンから、ハード磁性相である  $\text{R}_2\text{TM}_{14}\text{B}$  型

相の回折ピークや、ソフト磁性相である $\alpha$ -(Fe, Co)型相の回折ピーク等、多数の回折ピークが認められた。

【0241】

また、各磁石粉末について、透過型電子顕微鏡（TEM）を用いて、構成組織の観察（異なる10箇所での観察）を行った。その結果、各磁石粉末における、全構成組織（非晶質組織も含む）中に占める $R_2TM_{14}B$ 型相の体積率は、いずれも30%以下であった。

また、各磁石粉末について、 $R_2TM_{14}B$ 型相の平均結晶粒径を測定した。

【0242】

これらの各磁石粉末を用いて、前記実施例1と同様にして、ボンド磁石を製造し、得られた各ボンド磁石の磁気特性の測定を行った。

これらの結果を表11～表13に示す。

【0243】

【表 1 1】

表 1 1 急冷薄帯の特性 (サンプル No. 4 a ~ 4 e) (比較例)

サンプル No.	急冷薄帯の 製造に用いた 冷却ロール	平均厚さ ( $\mu\text{m}$ )	巨大ディンプルの 占める投影面積の割合 (%)	ディンプルの 総面積の割合 (%)	$H_{c,1}$ ( $\text{kA}/\text{m}$ )	$B_r$ (T)	$(BH)_{\text{max}}$ ( $\text{kJ}/\text{m}^3$ )
4 a (比較例)	冷却ロール A	1	2.6	25	120	0.80	33
		2	1.9	21	117	0.79	32
		3	1.8	19	122	0.80	34
		4	2.5	24	115	0.80	33
		5	2.2	20	119	0.80	33
4 b (比較例)	冷却ロール B	1	2.3	22	112	0.77	28
		2	2.8	28	111	0.76	26
		3	2.4	25	108	0.76	25
		4	2.7	26	107	0.76	24
		5	2.6	27	113	0.77	26
4 c (比較例)	冷却ロール C	1	0.4	13	125	0.82	36
		2	0.2	11	122	0.82	35
		3	0.3	12	127	0.81	34
		4	0.4	15	130	0.81	34
		5	0.3	10	123	0.81	33
4 d (比較例)	冷却ロール D	1	4.2	38	103	0.71	19
		2	3.9	35	105	0.72	21
		3	3.8	35	108	0.72	22
		4	4.4	37	109	0.70	18
		5	3.5	32	104	0.71	19
4 e (比較例)	冷却ロール E	1	2.3	21	120	0.80	33
		2	2.5	22	116	0.79	32
		3	2.6	24	119	0.80	31
		4	2.2	23	115	0.79	32
		5	2.1	19	117	0.78	31

合金組成:  $\text{Pr}_3 (\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{\text{bal.}}$  B<sub>3.5</sub>

【0 2 4 4】

【表 12】

表 12 急冷薄帯の特性 (サンプル No. 4 f ~ 4 j)							(比較例)	
サンプル No.	急冷薄帯の 製造に用いた 冷却ロール	平均厚さ ( $\mu\text{m}$ )	巨大ディンプルの 占める投影面積の割合 (%)	ディンプルの 総面積の割合 (%)	$H_{cJ}$ ( $\text{kA}/\text{m}$ )	$B_r$ (T)	$(BH)_{\text{max}}$ ( $\text{kJ}/\text{m}^3$ )	
4 f (比較例)	冷却ロール F	1	2.1	23	114	0.78	31	
		2	2.0	22	118	0.79	33	
		3	2.4	26	116	0.79	33	
		4	2.2	21	112	0.78	30	
		5	2.6	28	115	0.79	32	
4 g (比較例)	冷却ロール G	1	0.5	15	125	0.80	33	
		2	0.3	11	120	0.81	34	
		3	0.4	13	121	0.80	33	
		4	0.7	16	118	0.80	33	
		5	0.4	12	123	0.81	34	
4 h (比較例)	冷却ロール H	1	1.6	18	120	0.80	34	
		2	1.4	15	116	0.79	32	
		3	1.7	21	118	0.80	33	
		4	1.4	16	114	0.79	31	
		5	1.2	12	117	0.79	33	
4 i (比較例)	冷却ロール I	1	2.6	26	115	0.77	30	
		2	2.4	24	117	0.78	32	
		3	2.7	27	114	0.77	31	
		4	2.5	26	113	0.77	30	
		5	2.2	23	116	0.77	29	
4 j (比較例)	冷却ロール J	1	15.3	46	72	0.61	12	
		2	21.2	53	83	0.62	13	
		3	26.5	60	69	0.60	11	
		4	19.8	48	75	0.62	12	
		5	23.2	57	85	0.62	14	

合金組成:  $\text{Pr}_3 (\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{\text{bal.}}$   $\text{B}_{3.5}$ 

【0245】

【表 13】

表 13 ハード磁性相の平均結晶粒径とボンド磁石の磁気特性 (比較例)

急冷薄帯の サンプルNo.	平均結晶粒径 (nm)	$H_{cJ}$ (kA/m)	$B_r$ (T)	$(BH)_{max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )
4 a (本発明)	40	118	0.67	22
4 b (本発明)	47	110	0.65	18
4 c (本発明)	35	125	0.68	25
4 d (本発明)	52	106	0.61	15
4 e (本発明)	43	118	0.67	21
4 f (本発明)	42	113	0.67	22
4 g (本発明)	36	120	0.68	24
4 h (本発明)	38	117	0.67	23
4 i (本発明)	46	115	0.66	20
4 j (比較例)	83	70	0.56	9

合金組成:  $Pr_3(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{hal.}B_{3.5}$ 

【0246】

表 11 および表 12 から明らかなように、サンプル No. 4 a、4 b、4 c、4 d、4 e、4 f、4 g、4 h、4 i、4 j の急冷薄帯 (いずれも比較例) は、いずれも磁気特性に劣っている。

【0247】

また、サンプル No. 4 j の急冷薄帯では、巨大ディンプルの占める面積の割合が 15.3 ~ 26.5 % と特に大きく、ディンプルの占める面積 (総面積) の割合も他のサンプルに比べて大きくなっている。また、連続した急冷薄帯から切り出したサンプルであるにもかかわらず、磁気特性のバラツキが大きい。これは

、以下のような理由によるものであると推定される。

【0248】

周面とパドルとの間に侵入したガスにより、急冷薄帯のロール面に巨大なディンプルが形成される。このため、周面に接触している部分における冷却速度は大きいのに対し、周面に接触していない部分（特に、巨大ディンプルの中央部付近）における冷却速度は低下し、結晶粒径の粗大化が起こる。その結果、得られる急冷薄帯の磁気特性のバラツキは大きくなると考えられる。

【0249】

また、表13から明らかなように、サンプルNo. 4a、4b、4c、4d、4e、4f、4g、4h、4i、4jの急冷薄帯によるボンド磁石は、いずれも磁気特性に劣っている。その中でも、サンプルNo. 4jの急冷薄帯によるボンド磁石の磁気特性は、特に低いものとなっている。

【0250】

これは、サンプルNo. 4jの急冷薄帯が、各部位での磁気特性のバラツキが大きいものであるため、この急冷薄帯を用いてボンド磁石としたときには、全体としての磁気特性がさらに低下するためであると考えられる。

【0251】

【発明の効果】

以上述べたように、本発明によれば、次のような効果が得られる。

【0252】

・冷却ロールの周面にディンプル矯正手段が設けられているため、製造される急冷薄帯における巨大ディンプルの発生が防止または抑制され、ディンプルの1個あたりの面積も小さくなる。また、ロール面におけるディンプルの総面積も小さくなる。そのため、パドルの各部位における冷却速度の差が小さくなり、製造される急冷薄帯においては、高い磁気特性が安定して得られる。

【0253】

・特に、表面層の形成材料、厚さ、ディンプル矯正手段としての、溝、凸条の寸法、ピッチ等の条件を適宜選択することにより、製造される急冷薄帯のロール面におけるディンプルの1個あたりの面積や総面積等をコントロールすることが



でき、優れた磁気特性の磁石材料を得ることができる。

【0254】

・磁石粉末が主として $R_2TM_{14}B$ 型相で構成されることにより、保磁力、耐熱性がさらに向上する。

【0255】

・高い磁束密度が得られるので、等方性であっても、高磁気特性を持つボンド磁石が得られる。特に、従来の等方性ボンド磁石に比べ、より小さい体積のボンド磁石で同等以上の磁気性能を発揮することができるので、より小型で高性能のモータを得ることが可能となる。

【0256】

・また、高い磁束密度が得られることから、ボンド磁石の製造に際し、高密度化を追求しなくても十分に高い磁気特性を得ることができ、その結果、成形性の向上と共に、寸法精度、機械的強度、耐食性、耐熱性（熱的安定性）等のさらなる向上が図れ、信頼性の高いボンド磁石を容易に製造することが可能となる。

【0257】

・着磁性が良好なので、より低い着磁磁場で着磁することができ、特に多極着磁等を容易かつ確実に行うことができ、かつ高い磁束密度を得ることができる。

【0258】

・高密度化を要求されないことから、圧縮成形法に比べて高密度の成形がしにくい押出成形法や射出成形法によるボンド磁石の製造にも適し、このような成形方法で成形されたボンド磁石でも、前述したような効果が得られる。よって、ボンド磁石の成形方法の選択の幅、さらには、それによる形状選択の自由度が広がる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の磁石材料の製造方法の第1実施形態で用いる冷却ロールと、その冷却ロールを用いて薄帯状磁石材料を製造する装置（急冷薄帯製造装置）の構成例とを模式的に示す斜視図である。

【図2】

図 1 に示す冷却ロールの正面図である。

【図 3】

図 1 に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 4】

従来の薄帯状磁石材料を単ロール法により製造する装置（急冷薄帯製造装置）における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を模式的に示す断面図である。

【図 5】

図 1 に示す薄帯状磁石材料を製造する装置（急冷薄帯製造装置）における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を模式的に示す断面図である。

【図 6】

従来の薄帯状磁石材料を単ロール法により製造する装置（急冷薄帯製造装置）で製造された薄帯状磁石材料の表面形状を模式的に示す斜視図である。

【図 7】

図 1 に示す薄帯状磁石材料を製造する装置（急冷薄帯製造装置）で製造された薄帯状磁石材料の表面形状を模式的に示す斜視図である。

【図 8】

ディンプル矯正手段の形成方法を説明するための図である。

【図 9】

ディンプル矯正手段の形成方法を説明するための図である。

【図 1 0】

本発明の磁石材料の製造方法の第 2 実施形態で用いる冷却ロールを模式的に示す正面図である。

【図 1 1】

図 1 0 に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 1 2】

本発明の磁石材料の製造方法の第 3 実施形態で用いる冷却ロールを模式的に示す正面図である。

【図 1 3】

図 1 2 に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 1 4】

本発明の磁石材料の製造方法の第 4 実施形態で用いる冷却ロールを模式的に示す正面図である。

【図 1 5】

図 1 4 に示す冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 1 6】

本発明の磁石材料の製造方法で用いることができる冷却ロールを模式的に示す正面図である。

【図 1 7】

本発明の磁石材料の製造方法で用いることができる冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 1 8】

本発明の磁石材料の製造方法で用いることができる冷却ロールの周面付近の断面形状を模式的に示す図である。

【図 1 9】

従来の薄帯状磁石材料を単ロール法により製造する装置（急冷薄帯製造装置）における溶湯の冷却ロールへの衝突部位付近の状態を示す断面側面図である。

【符号の説明】

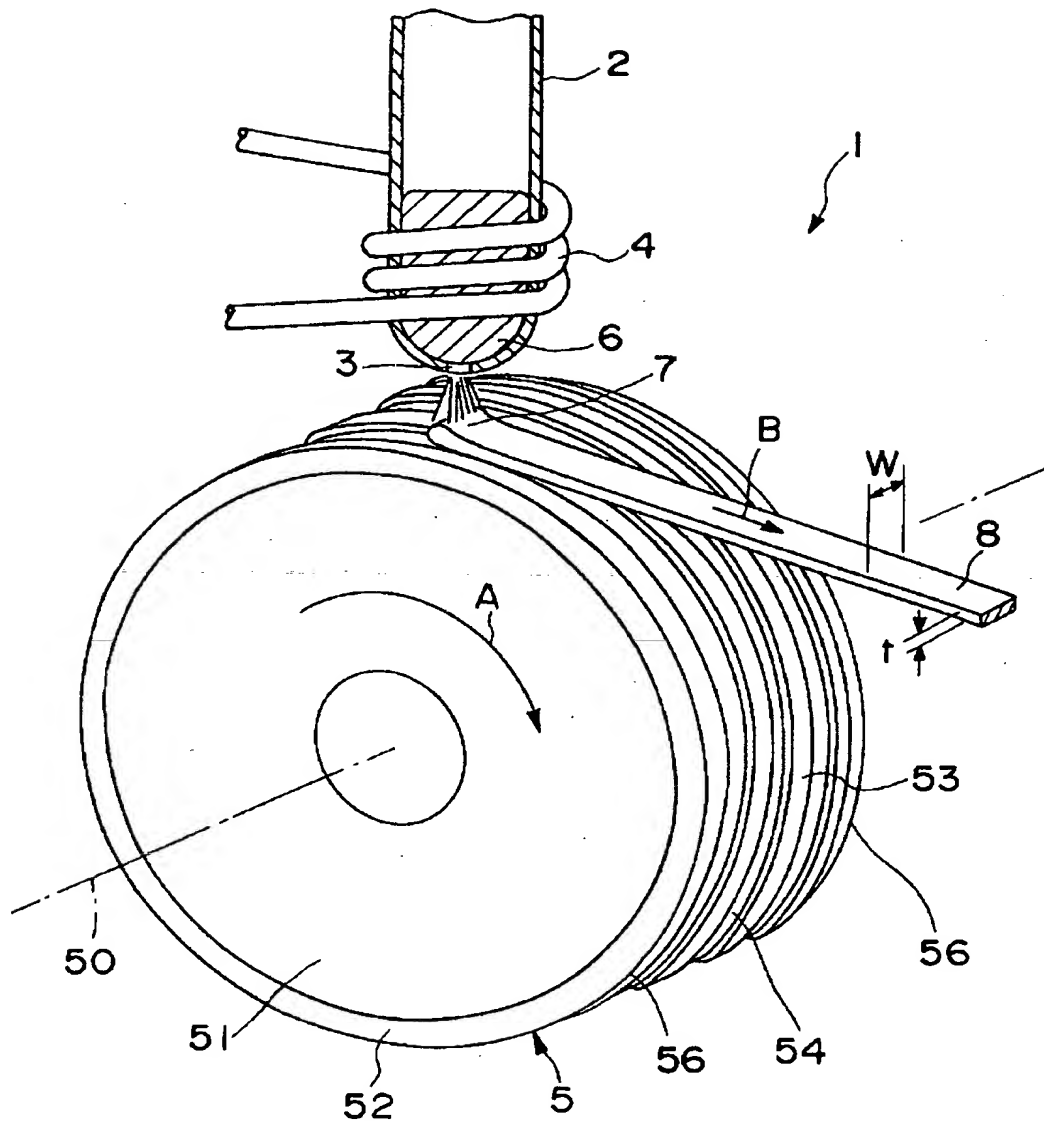
- |           |          |
|-----------|----------|
| 1         | 急冷薄帯製造装置 |
| 2         | 筒体       |
| 3         | ノズル      |
| 4         | コイル      |
| 5、5 0 0   | 冷却ロール    |
| 5 0       | 回転軸      |
| 5 1       | ロール基材    |
| 5 2       | 表面層      |
| 5 3、5 3 0 | 周面       |
| 5 4       | 溝        |

5 5	凸条
5 6	縁部
5 7	開口部
6、6 0	浴湯
7、7 0	パドル
7 1 0	凝固界面
8、8 0	急冷薄帯
8 1、8 1 0	ロール面
8 2	フリー面
8 3	凸条
8 4	溝
9	ディンプル

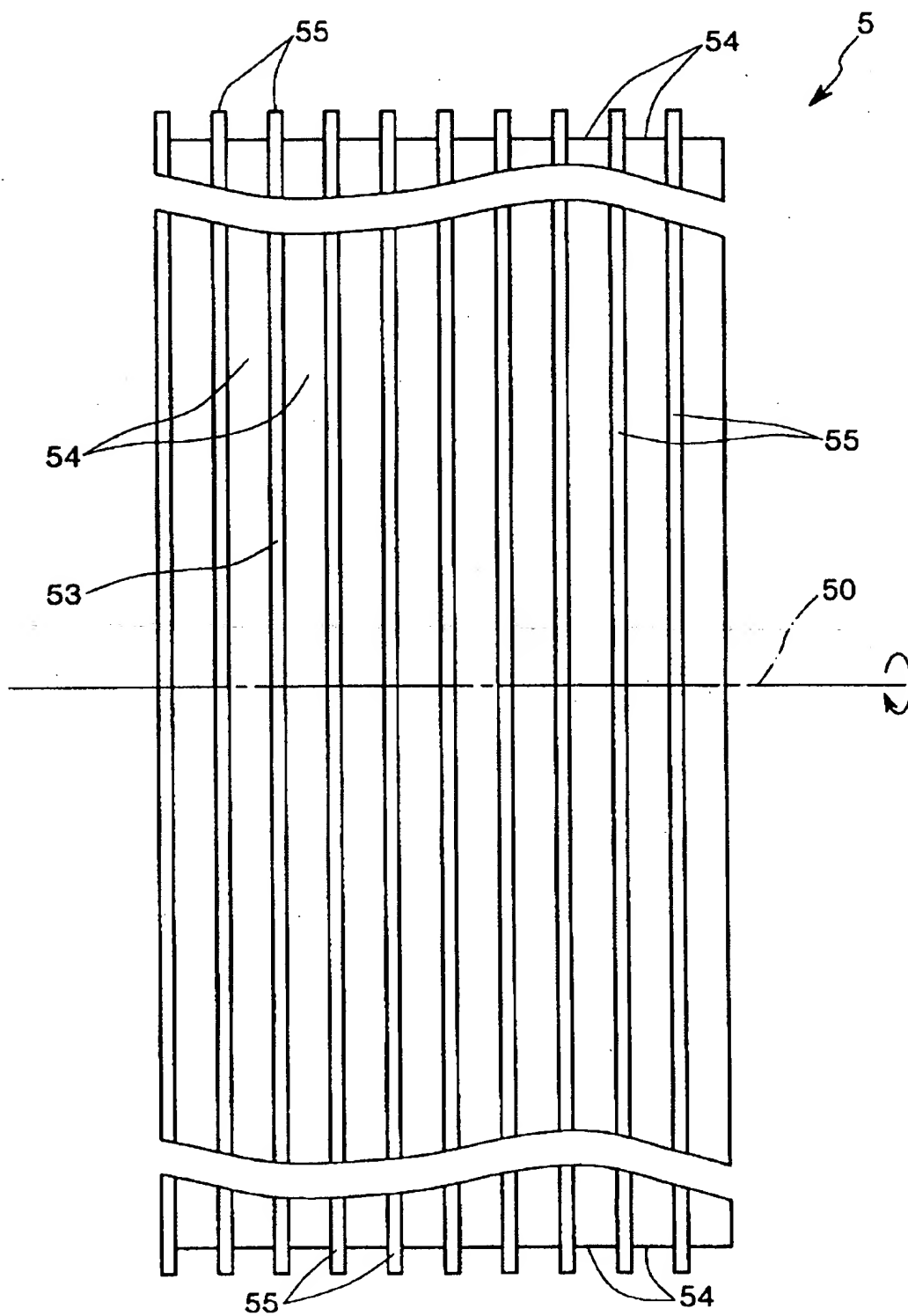
【書類名】

図面

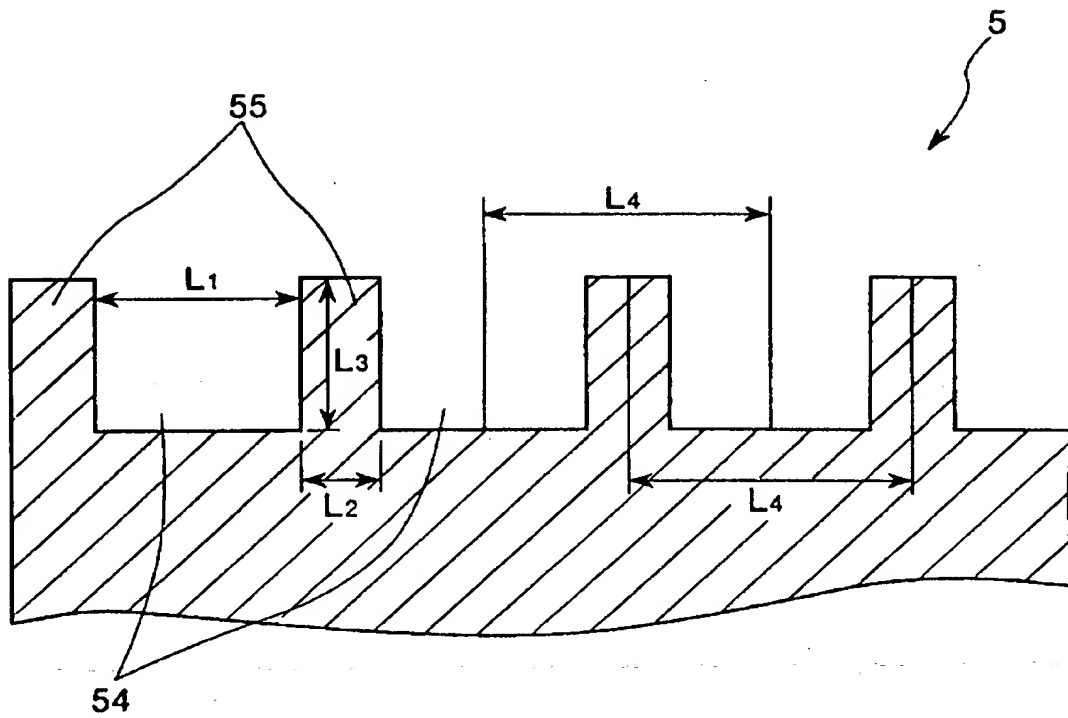
【図 1】



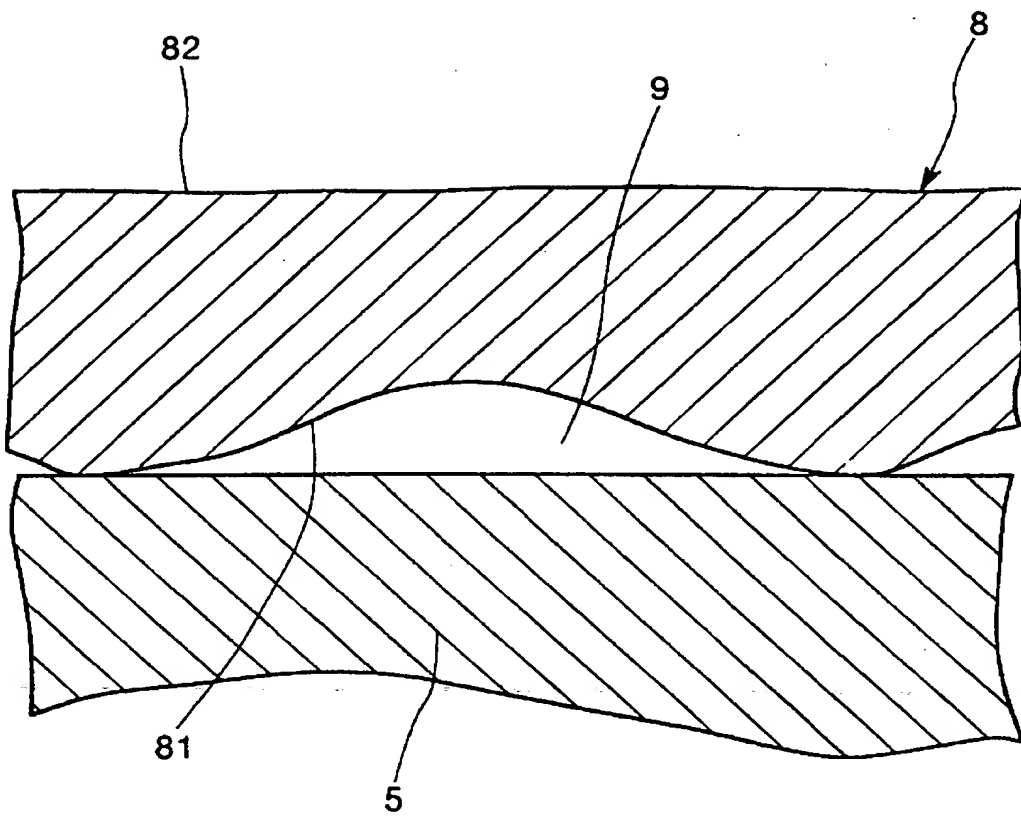
【図 2】



【図 3】

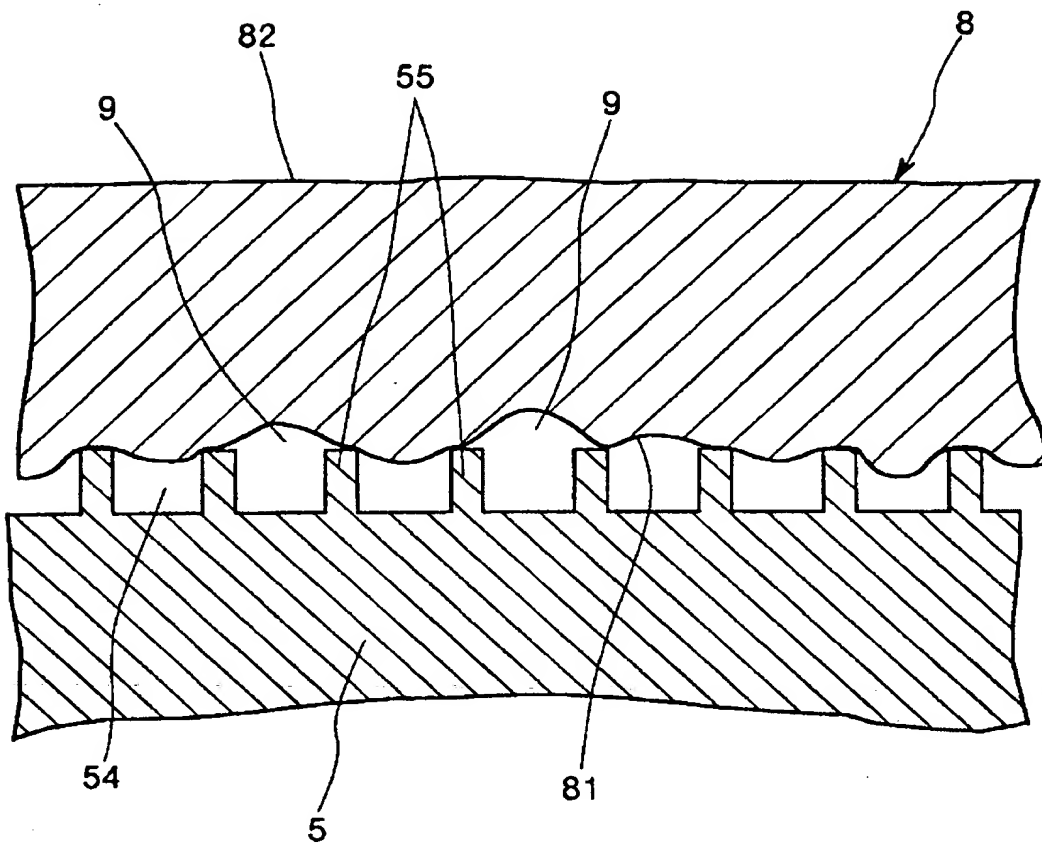


【図4】

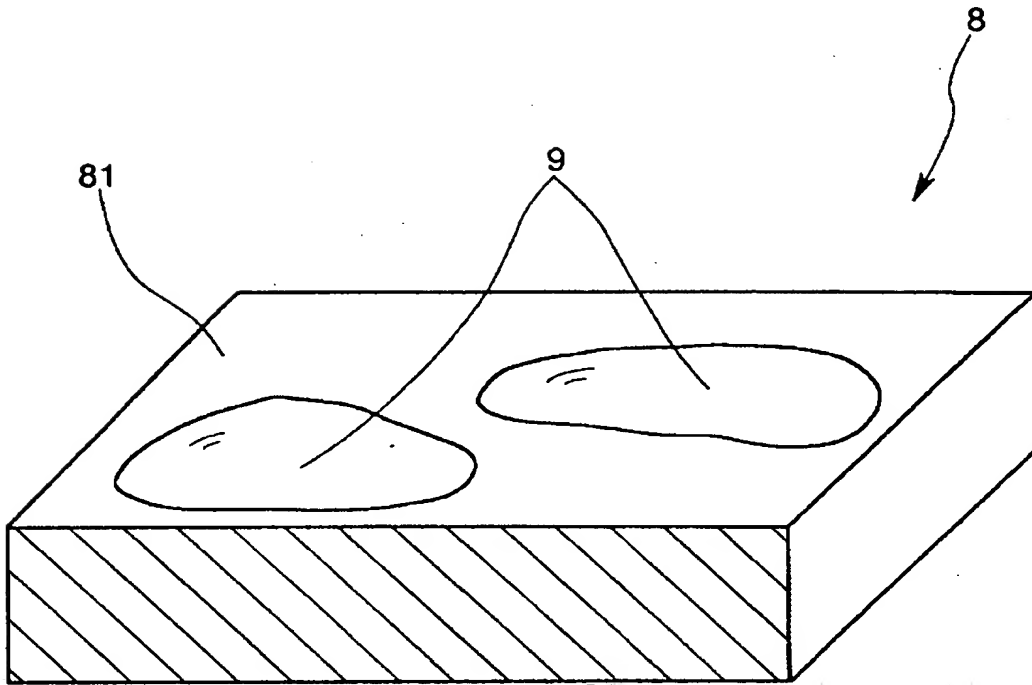




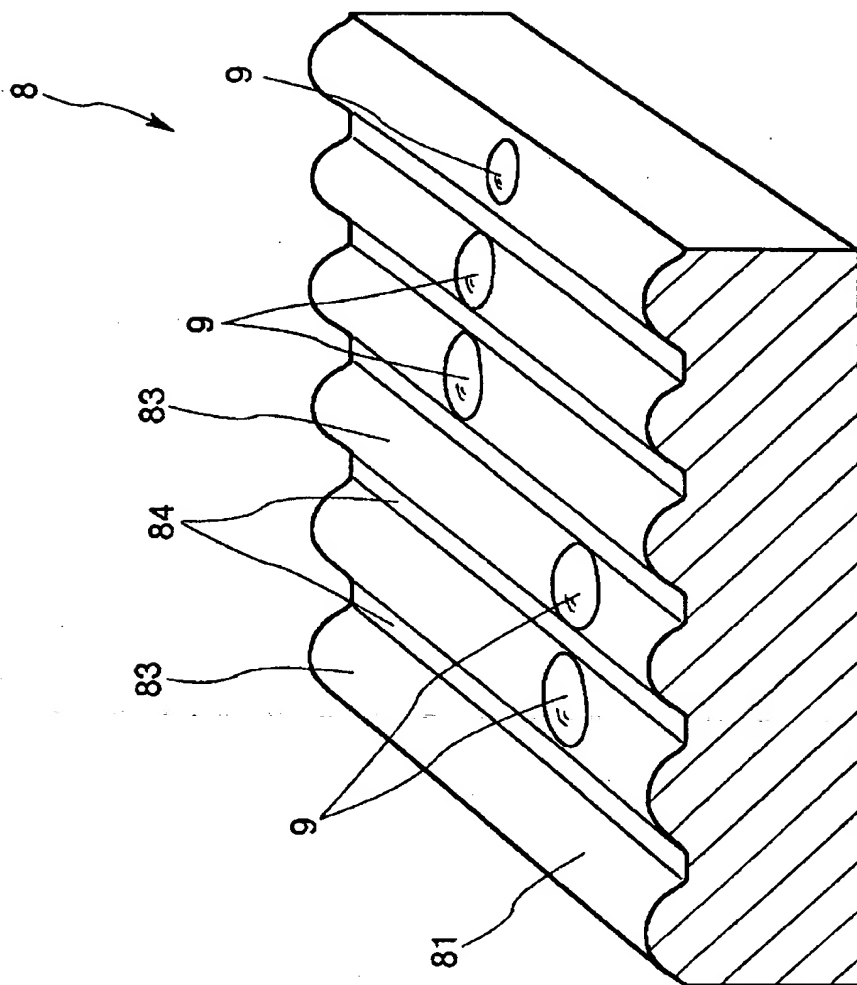
【図5】



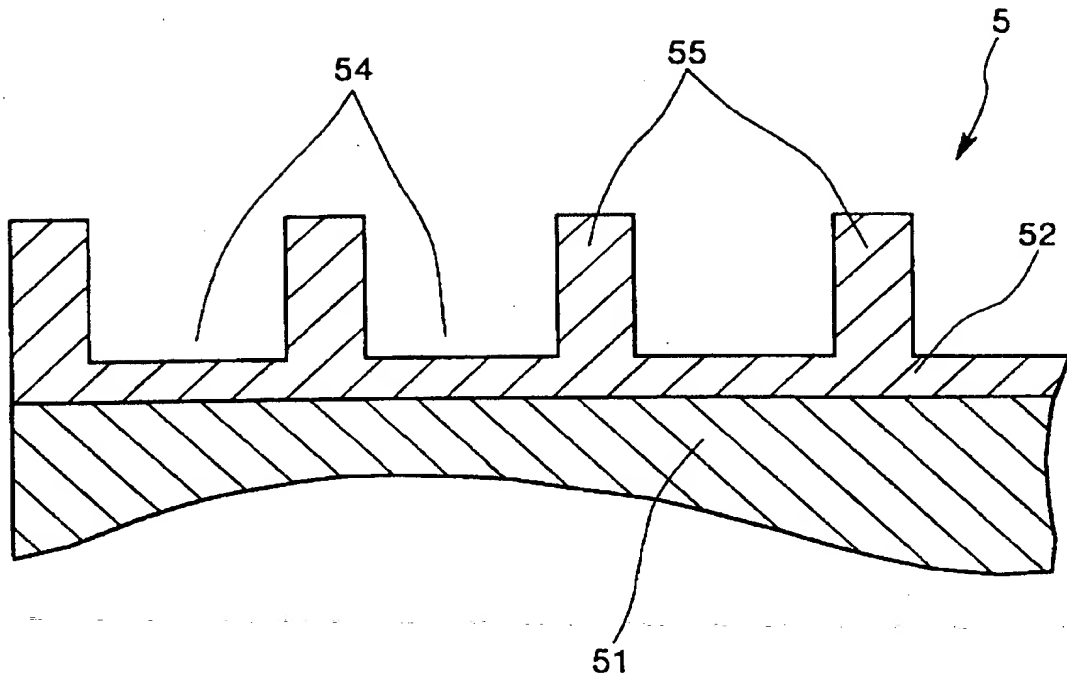
【図 6】



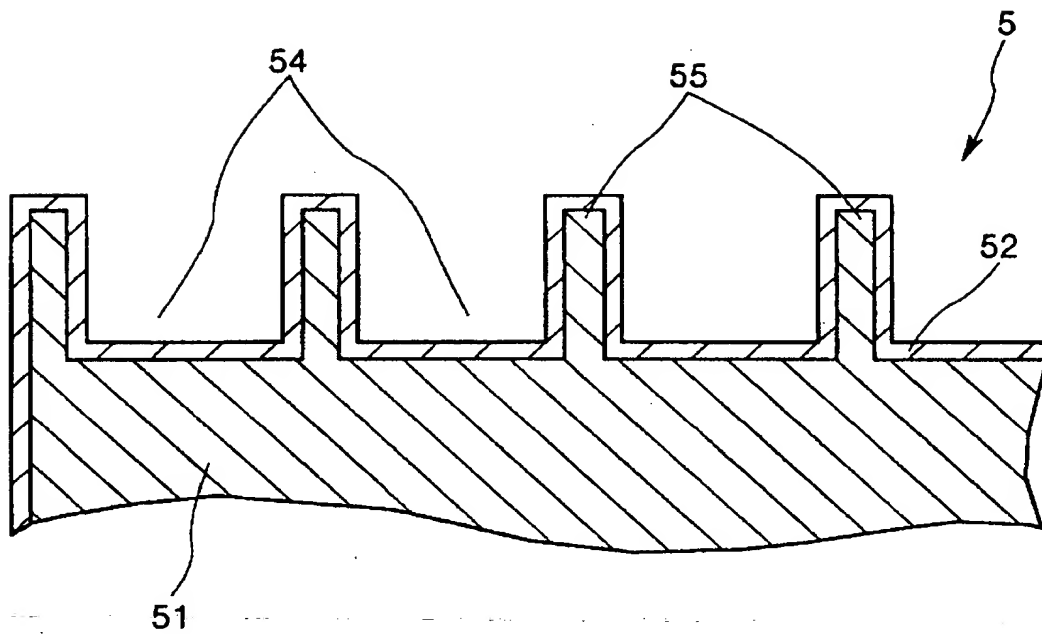
【図7】



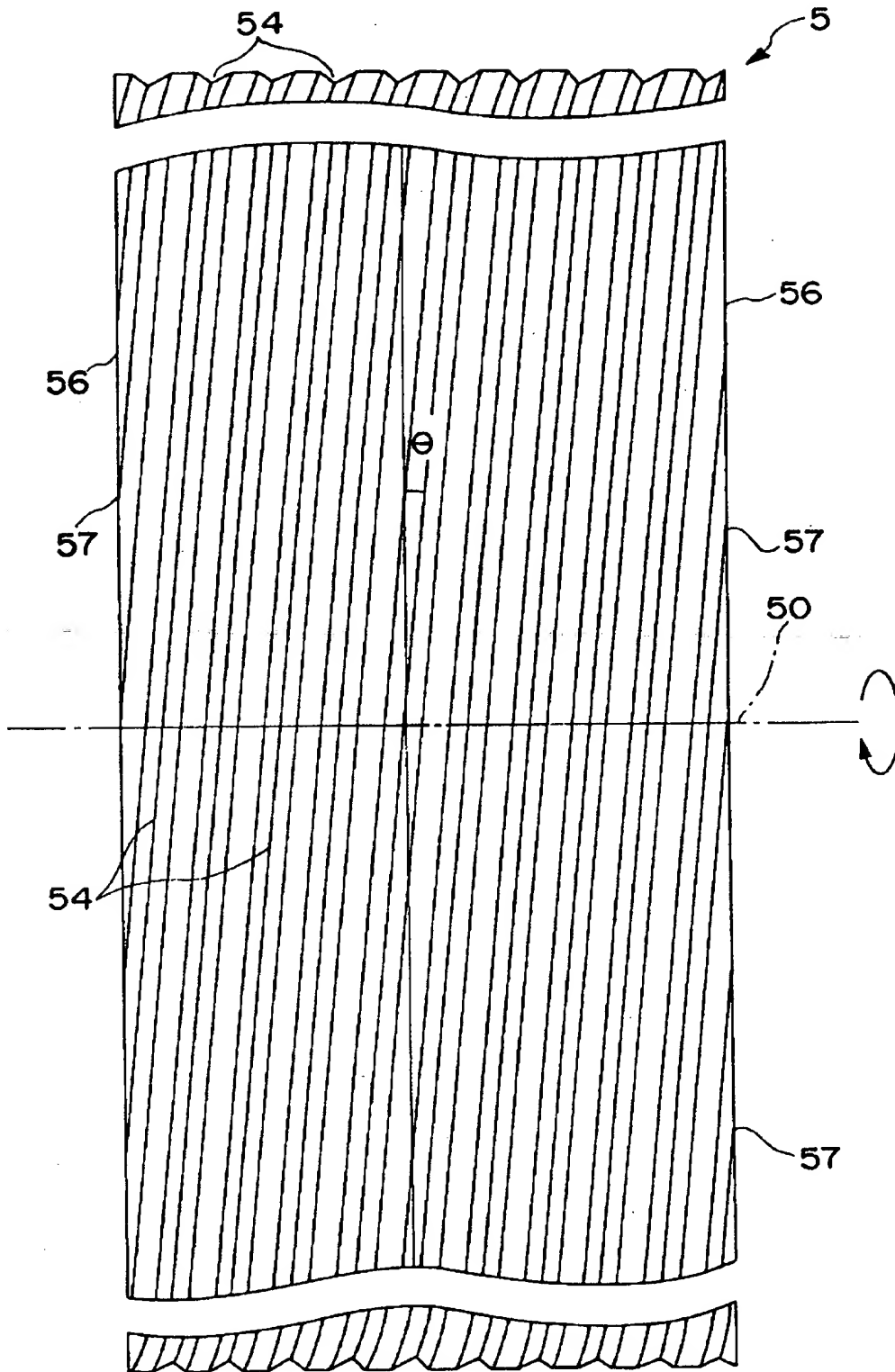
【図 8】



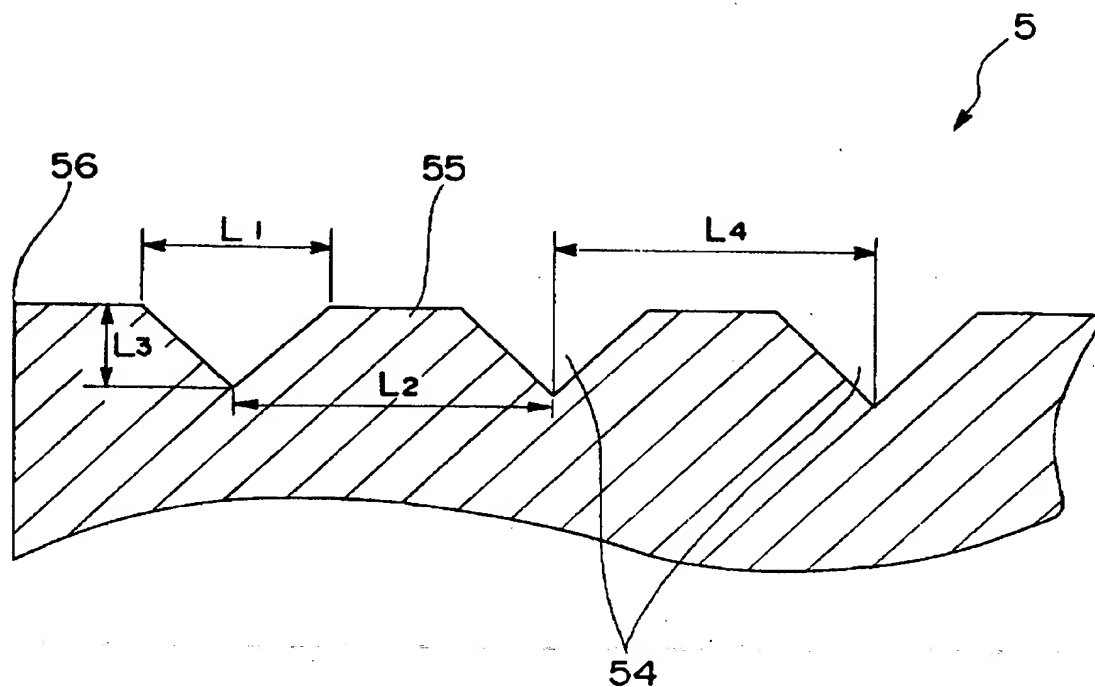
【図9】



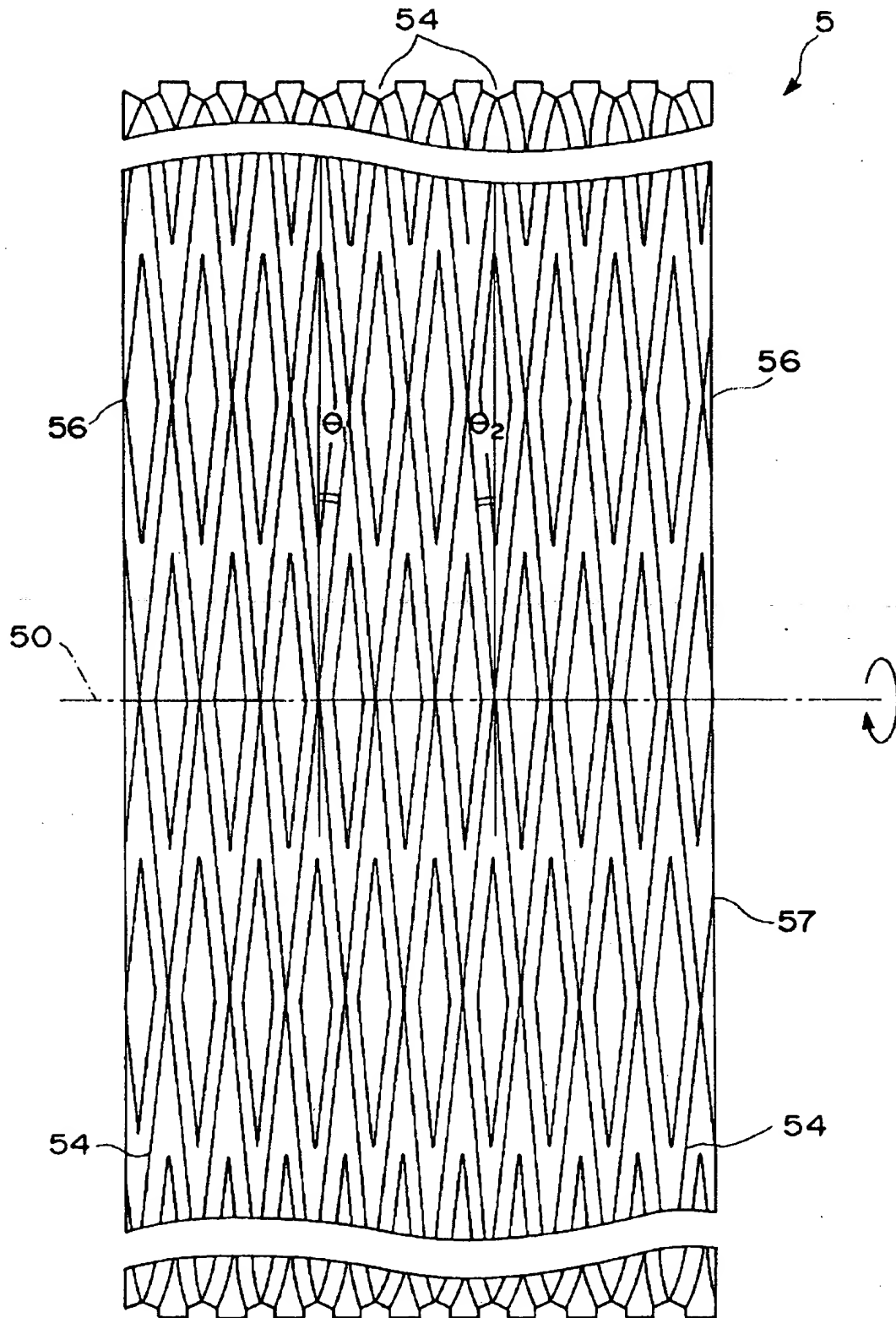
【図10】



【図 11】

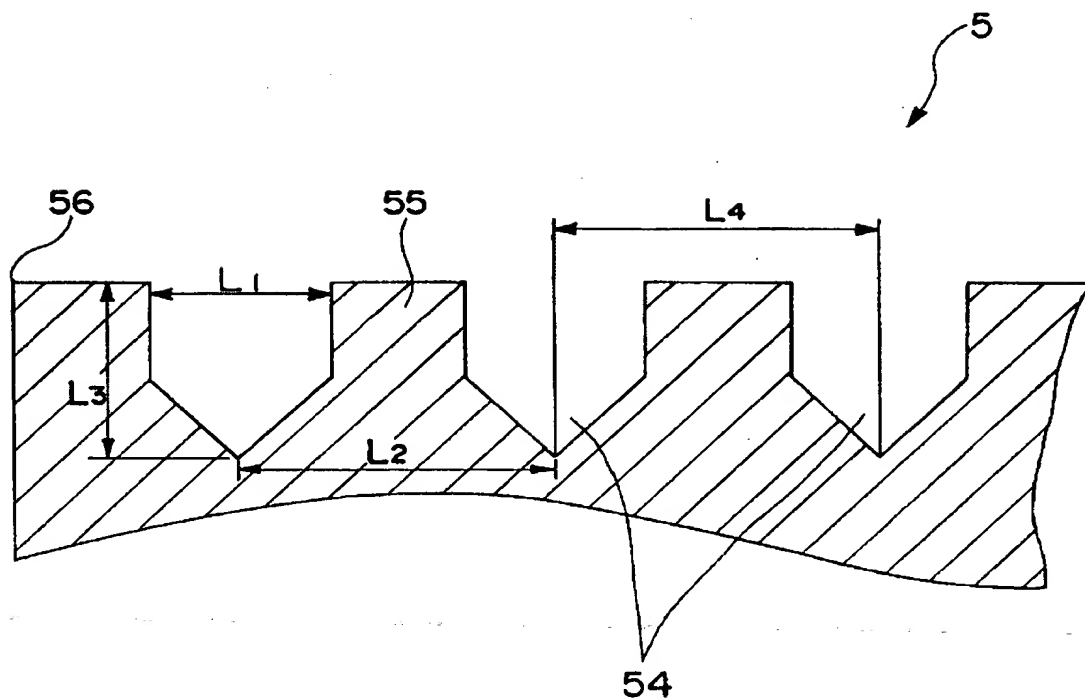


【図 12】

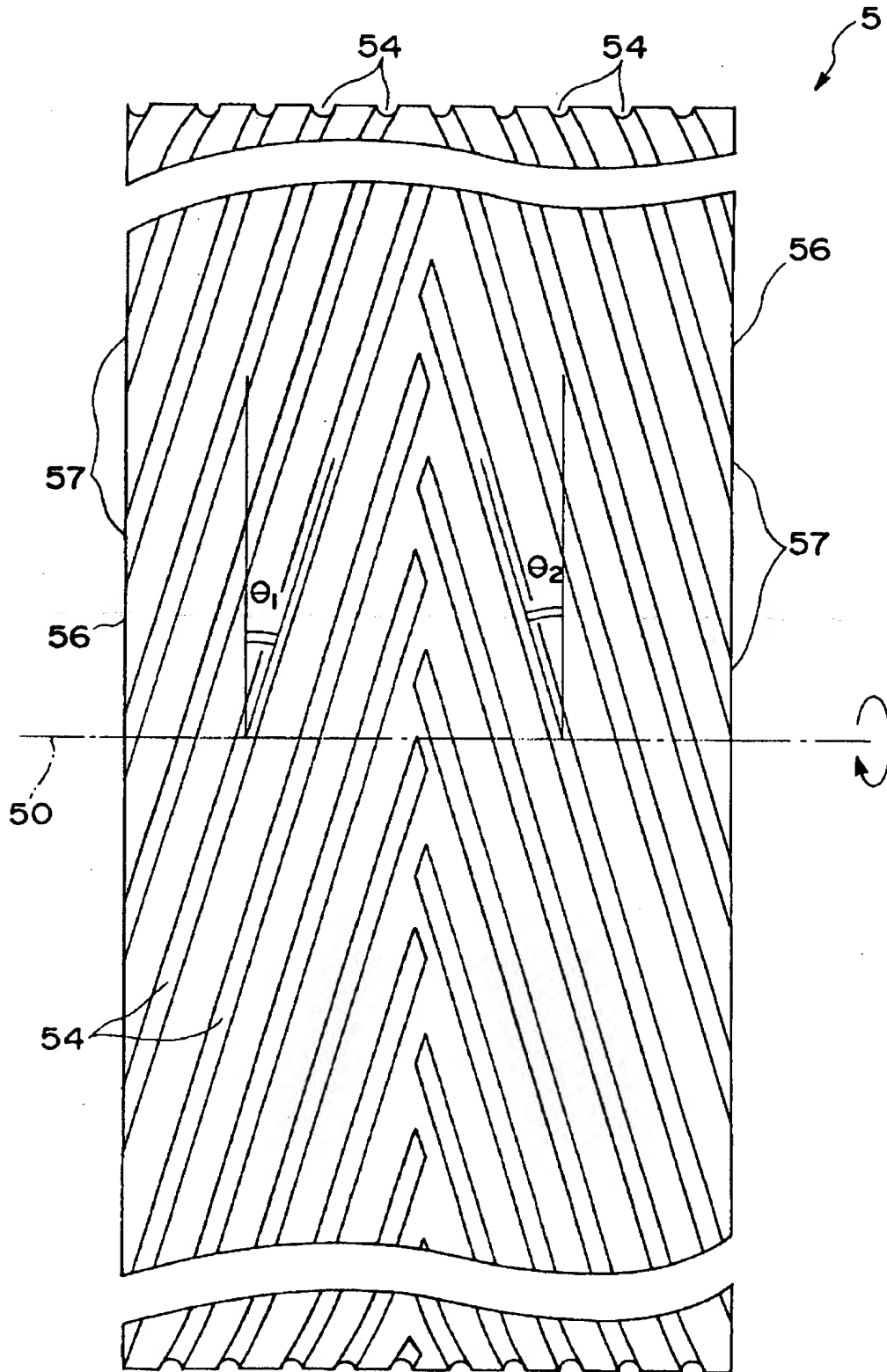




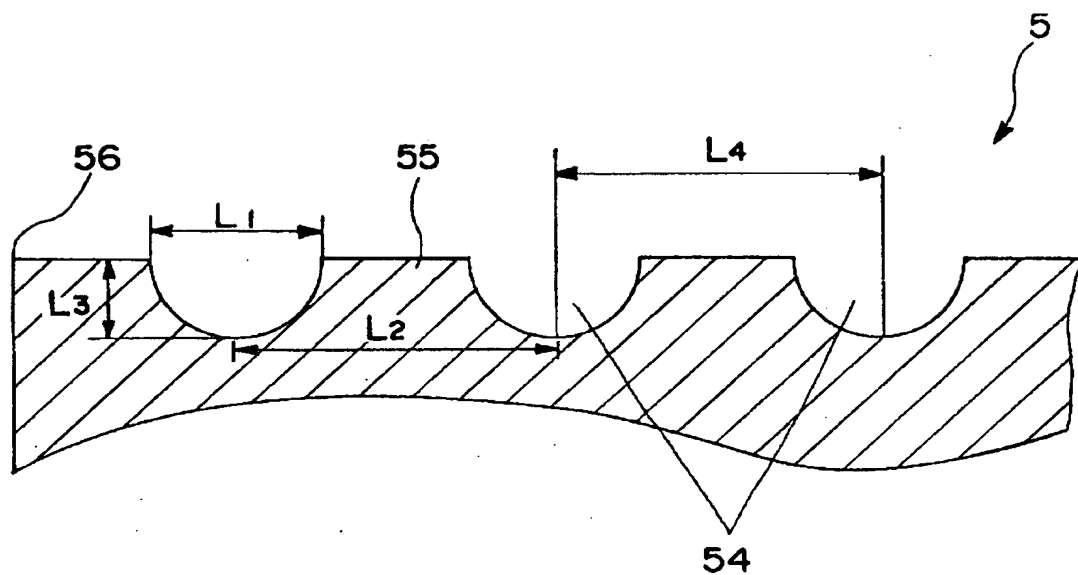
【図 13】



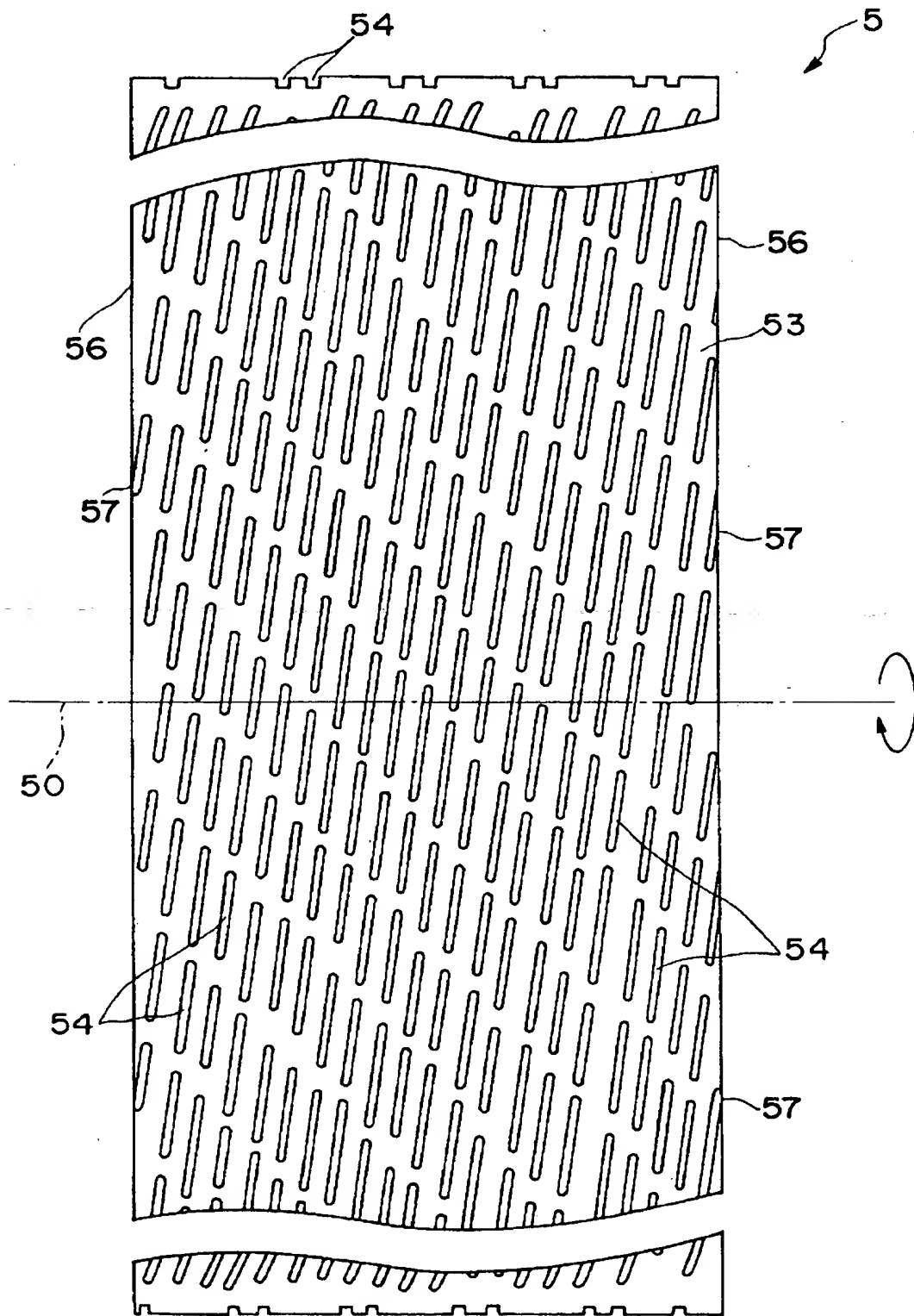
【図 14】



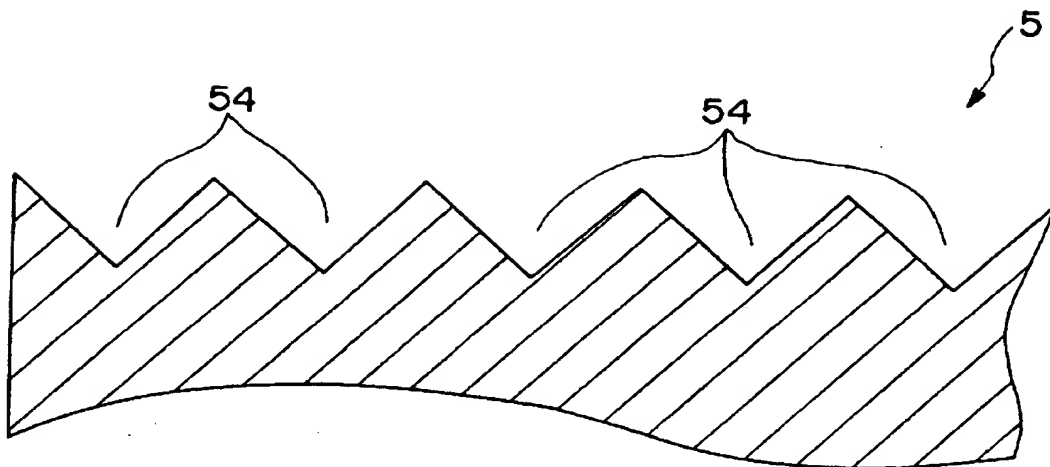
【図15】



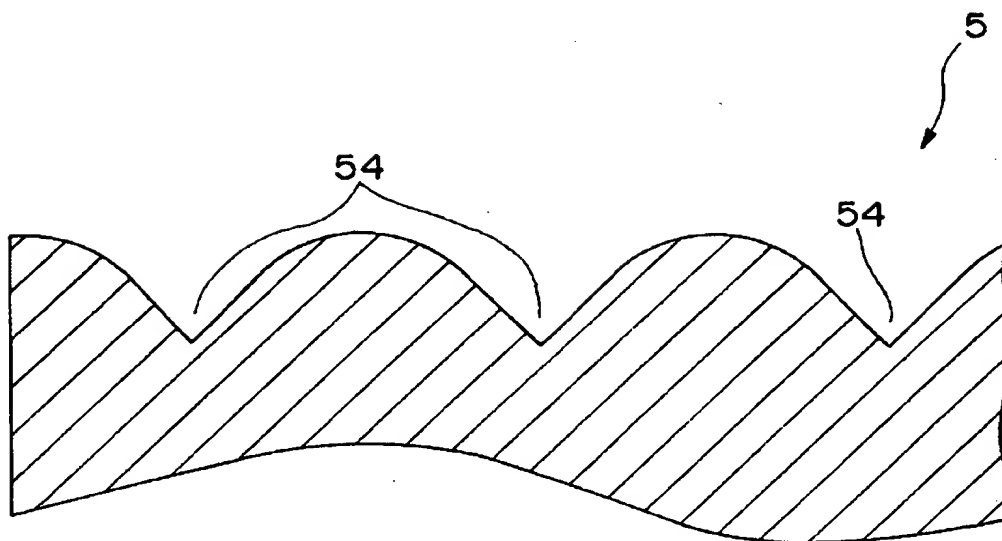
【図 16】



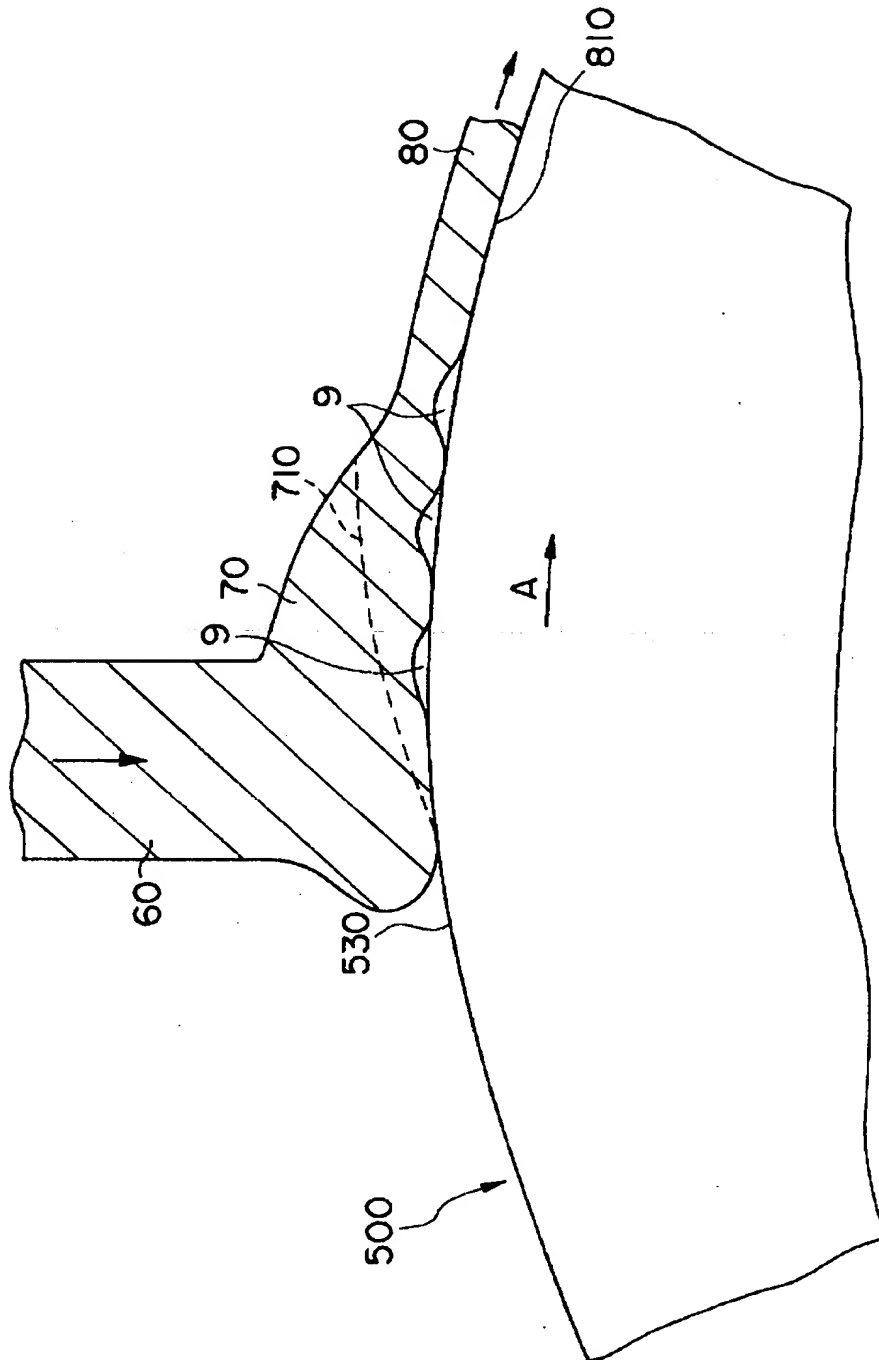
【図17】



【図18】



【図19】



## 【書類名】要約書

## 【要約】

【課題】磁気特性が優れ、信頼性に優れた磁石を提供することができる磁石材料の製造方法、薄帯状磁石材料、粉末状磁石材料およびボンド磁石を提供すること。

【解決手段】急冷薄帯製造装置 1 は、筒体 2 と、加熱用のコイル 4 と、冷却ロール 5 とを備えている。筒体 2 の下端には、磁石材料の溶湯 6 を射出するノズル 3 が形成されている。冷却ロール 5 の周面 5 3 には、ディンプル矯正手段が設けられている。急冷薄帯 8 は、ヘリウムガスのような不活性ガス（雰囲気ガス）中で、溶湯 6 をノズル 3 から射出し、冷却ロール 5 の周面 5 3 に衝突させ、冷却固化することにより製造される。このとき、冷却ロール 5 の周面 5 3 上に、ディンプル矯正手段が設けられていることにより、周面 5 3 との接触面において発生するディンプルは分割され、巨大ディンプルの発生が防止される。

【選択図】図 1



認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2000-399881
受付番号	50001697946
書類名	特許願
担当官	第七担当上席 0096
作成日	平成13年 1月 9日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年12月28日
【特許出願人】	
【識別番号】	000002369
【住所又は居所】	東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
【氏名又は名称】	セイコーエプソン株式会社
【代理人】	申請人
【識別番号】	100091292
【住所又は居所】	東京都港区西新橋1丁目18番9号 西新橋ノアビル4階 朝比・増田特許事務所
【氏名又は名称】	増田 達哉
【選任した代理人】	
【識別番号】	100091627
【住所又は居所】	東京都港区西新橋1丁目18番9号 西新橋ノアビル4階 朝比・増田特許事務所
【氏名又は名称】	朝比 一夫

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002369]

1. 変更年月日 1990年 8月20日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

氏 名 セイコーエプソン株式会社